

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-242995

(43)Date of publication of application : 07.09.1999

(51)Int.Cl.

H05B 33/14
G09K 11/06

(21)Application number : 10-350316

(71)Applicant : MITSUI CHEM INC

(22)Date of filing : 09.12.1998

(72)Inventor : NAKATSUKA MASAKATSU
KITAMOTO NORIKO

(30)Priority

Priority number : 09343158

Priority date : 12.12.1997

Priority country : JP

(54) ORGANIC ELECTROLUMINESCENT ELEMENT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To improve luminous efficiency and luminance by forming a structure by holding at least one layer containing one or more kinds of bisnaphtho[1',8':5,6,7]-s-indaceno[1,2,3-cd:1',2',3'-c',d']benzo[1,2-k:4,5-k']difluoranthene derivatives between a pair of electrodes.

SOLUTION: This derivative has a framework expressed by a formula and is structured by substituting a predetermined halogen atom group, alkoxyl group, aryl group or the like for one or more out of 30 hydrogen atoms, and an organic electroluminescent element using it for its luminescent layer emits red-colored light that is high in luminance and excellent in durability. A layer containing the derivative contains a luminous organic metal complex including aluminum and the like or a triallylamine derivative and may have a hole injection/transfer layer and/or an electron injection/transfer layer between a pair of electrodes. If the luminescent layer is formed by combining it with another luminous ingredient, white-colored light that is high in luminance and excellent in durability can be also emitted.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

22.07.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]	3690926
[Date of registration]	24.06.2005
[Number of appeal against examiner's decision of rejection]	
[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]	
[Date of extinction of right]	

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-242995

(43) 公開日 平成11年(1999) 9月7日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	F I	
H 0 5 B 33/14		H 0 5 B 33/14	B
C 0 9 K 11/06	6 1 0	C 0 9 K 11/06	6 1 0

審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 42 頁)

(21) 出願番号 特願平10-350316

(22) 出願日 平成10年(1998)12月9日

(31) 優先権主張番号 特願平9-343158

(32) 優先日 平9(1997)12月12日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000005887

三井化学株式会社

東京都千代田区霞が関三丁目2番5号

(72) 発明者 中塚 正勝

神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井
化学株式会社内

(72) 発明者 北本 典子

神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井
化学株式会社内

(54) 【発明の名称】 有機電界発光素子

(57) 【要約】

【解決手段】 一対の電極間に、ビスナフト[1',8':5,6,7]-s-インダセノ[1,2,3-cd:1',2',3'-c',d']ベンゾ[1,2-k:4,5-k']ジフルオランテン誘導体を少なくとも1種含有する層を少なくとも1層挟持してなる有機電界発光素子。

【効果】 発光輝度が優れた有機電界発光素子を提供する。

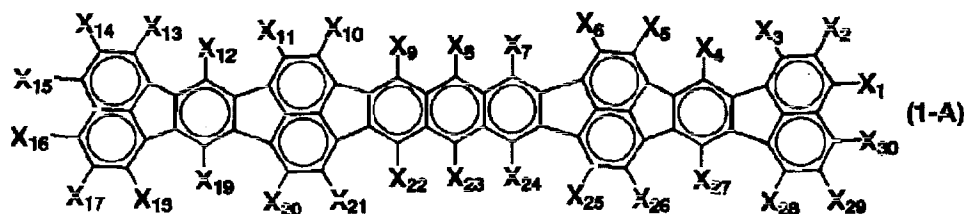
【特許請求の範囲】

【請求項1】 一对の電極間に、ビスナフト[1',8':5,6,7]-s-インダセノ[1,2,3-cd:1',2',3'-c'd']ベンゾ[1,2-k:4,5-k']ジフルオランテン誘導体を少なくとも1種含有する層を少なくとも一層挟持してなる有機電界発光素子。

【請求項2】 ビスナフト[1',8':5,6,7]-s-インダセノ[1,2,3-cd:1',2',3'-c'd']ベンゾ[1,2-k:4,5-k']ジフルオランテン誘導体を少なくとも1種含有する層が、発光層である請求項1記載の有機電界発光素子。

【請求項3】 ビスナフト[1',8':5,6,7]-s-インダセノ[1,2,3-cd:1',2',3'-c'd']ベンゾ[1,2-k:4,5-k']ジフルオランテン誘導体を少なくとも1種含有する層が、さらに発光性有機金属錯体を含有する請求項1または2記載の有機電界発光素子。

【請求項4】 ビスナフト[1',8':5,6,7]-s-インダセノ



(式中、 $X_1 \sim X_{30}$ はそれぞれ独立に水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基あるいは置換または未置換のアリール基を表し、 $X_1 \sim X_{30}$ から選ばれる互いに隣接する基、 X_7 と X_{24} 、および X_9 と X_{22} は互いに結合して、置換している炭素原子と共に、置換または未置換の炭素環式脂肪族環を形成していてもよい。)

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、有機電界発光素子に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、無機電界発光素子は、例えば、バックライトなどのパネル型光源として使用されてきたが、該発光素子を駆動させるには、交流の高電圧が必要である。最近になり、発光材料に有機材料を用いた有機電界発光素子（有機エレクトロルミネッセンス素子：有機EL素子）が開発された〔Appl. Phys. Lett., 51、913 (1987)〕。有機電界発光素子は、蛍光性有機化合物を含む薄膜を、陽極と陰極間に挟持された構造を有し、該薄膜に電子および正孔（ホール）を注入して、再結合させることにより励起子（エキシトン）を生成させ、この励起子が失活する際に放出される光を利用して発光する素子である。有機電界発光素子は、数V～数十V程度の直流の低電圧で、発光が可能であり、また蛍光性有機化合物の種類を選択することにより、種々の色（例えば、赤色、青色、緑色）の発光が可能である。このような特徴を有する有機電界発光素子は、種々の発光素子、

[1,2,3-cd:1',2',3'-c'd']ベンゾ[1,2-k:4,5-k']ジフルオランテン誘導体を少なくとも1種含有する層が、さらにトリアリールアミン誘導体を含有する請求項1または2記載の有機電界発光素子。

【請求項5】 一对の電極間に、さらに、正孔注入輸送層を有する請求項1～4のいずれかに記載の有機電界発光素子。

【請求項6】 一对の電極間に、さらに、電子注入輸送層を有する請求項1～5のいずれかに記載の有機電界発光素子。

【請求項7】 ビスナフト[1',8':5,6,7]-s-インダセノ[1,2,3-cd:1',2',3'-c'd']ベンゾ[1,2-k:4,5-k']ジフルオランテン誘導体が一般式(1-A)(化1)で表される化合物である請求項1～6のいずれかに記載の有機電界発光素子。

【化1】

表示素子等への応用が期待されている。しかしながら、一般に、発光輝度が低く、実用上充分ではない。

【0003】発光輝度を向上させる方法として、例えば、発光層として、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを宿主化合物、クマリン誘導体、ピラン誘導体をゲスト化合物(ドーパント)として用いた有機電界発光素子が提案されている〔J. Appl. Phys., 65、3610 (1989)〕。また、発光層として、例えば、ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(4-フェニルフェノラート)アルミニウムを宿主化合物、アクリドン誘導体(例えば、N-メチル-2-メトキシアクリドン)をゲスト化合物として用いた有機電界発光素子が提案されている(特開平8-67873号公報)。しかしながら、これらの発光素子も充分な発光輝度を有しているとは言いがたい。現在では、一層高輝度に発光する有機電界発光素子が望まれている。

【0004】本発明の有機電界発光素子に係るビスナフト[1',8':5,6,7]-s-インダセノ[1,2,3-cd:1',2',3'-c'd']ベンゾ[1,2-k:4,5-k']ジフルオランテン誘導体としては、4,7,9,12,19,22,24,27-オクタキス(4'-ドデシルフェニル)ビスナフト[1',8':5,6,7]-s-インダセノ[1,2,3-cd:1',2',3'-c'd']ベンゾ[1,2-k:4,5-k']ジフルオランテンが知られている〔例えば、Angew. Chem. Int. Ed. Engl., 36、1996 (1997)に記載されている〕。しかし、Angew. Chem. Int. Ed. Engl., 36、1996 (1997)には、該化合物の電気化学的性質などに関する記載があるものの、有機電界発光素子に関する記述はない。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の課題は、発光効率に優れ、高輝度に発光する有機電界発光素子を提供することである。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、有機電界発光素子、および該素子に使用する化合物に関して鋭意検討した結果、本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、

① 一对の電極間に、ビスナフト[1',8':5,6,7]-s-インダセノ[1,2,3-cd:1',2',3'-c'd']ベンゾ[1,2-k:4,5-k']ジフルオランテン誘導体を少なくとも1種含有する層を少なくとも一層挟持してなる有機電界発光素子、

② ビスナフト[1',8':5,6,7]-s-インダセノ[1,2,3-cd:1',2',3'-c'd']ベンゾ[1,2-k:4,5-k']ジフルオランテン誘導体を少なくとも1種含有する層が、発光層である①記載の有機電界発光素子、

③ ビスナフト[1',8':5,6,7]-s-インダセノ[1,2,3-cd:1',2',3'-c'd']ベンゾ[1,2-k:4,5-k']ジフルオランテン

誘導体を少なくとも1種含有する層が、さらに発光性有機金属錯体を含有する①または②記載の有機電界発光素子、

④ ビスナフト[1',8':5,6,7]-s-インダセノ[1,2,3-cd:1',2',3'-c'd']ベンゾ[1,2-k:4,5-k']ジフルオランテン誘導体を少なくとも1種含有する層が、さらにトリアリールアミン誘導体を含有する①または②記載の有機電界発光素子、

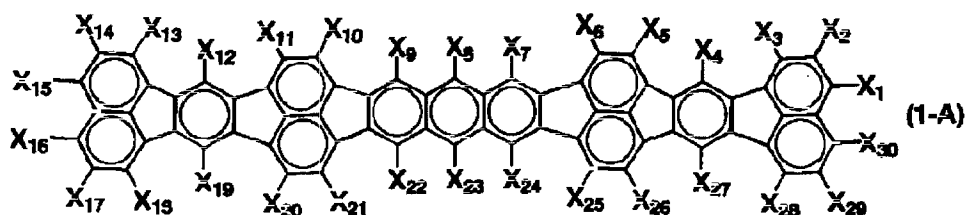
⑤ 一对の電極間に、さらに、正孔注入輸送層を有する前記①～④のいずれかに記載の有機電界発光素子、

⑥ 一对の電極間に、さらに、電子注入輸送層を有する前記①～⑤のいずれかに記載の有機電界発光素子、

⑦ ビスナフト[1',8':5,6,7]-s-インダセノ[1,2,3-cd:1',2',3'-c'd']ベンゾ[1,2-k:4,5-k']ジフルオランテン誘導体が一般式(1-A)(化2)で表される化合物である前記①～⑥のいずれかに記載の有機電界発光素子、に関するものである。

【0007】

【化2】



(式中、 $X_1 \sim X_{30}$ はそれぞれ独立に水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基あるいは置換または未置換のアリール基を表し、 $X_1 \sim X_{30}$ から選ばれる互いに隣接する基、 X_7 と X_{24} 、および X_9 と X_{22} は互いに結合して、置換している炭素原子と共に、置換または未置換の炭素環状脂肪族環を形成していてもよい。)

【0008】

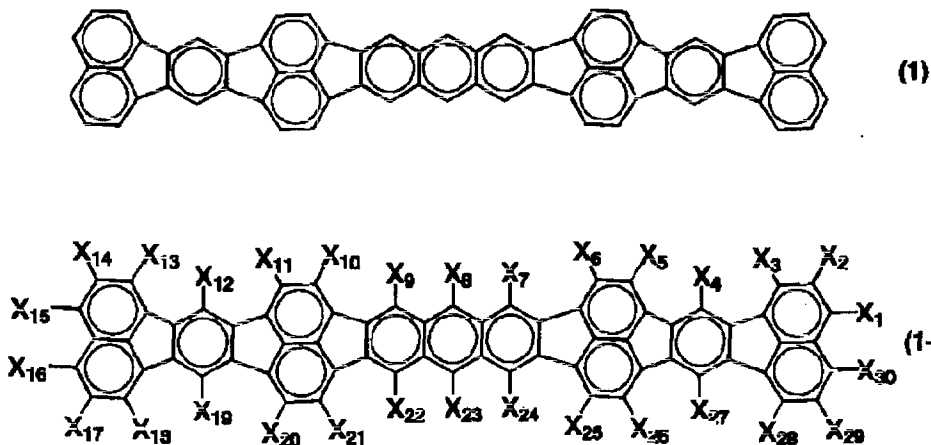
【発明の実施の形態】以下、本発明に関して詳細に説明する。本発明の有機電界発光素子は、一对の電極間に、ビスナフト[1',8':5,6,7]-s-インダセノ[1,2,3-cd:1',2',3'-c'd']ベンゾ[1,2-k:4,5-k']ジフルオランテン誘

導体を少なくとも1種含有する層を少なくとも一層挟持してなるものである。

【0009】本発明に係るビスナフト[1',8':5,6,7]-s-インダセノ[1,2,3-cd:1',2',3'-c'd']ベンゾ[1,2-k:4,5-k']ジフルオランテン誘導体(以下、本発明に係る化合物Aと略記する)は、一般式(1)(化3)で表される骨格を有する化合物を表すものであり、一般式(1)で表される骨格には、種々の置換基を有していてもよく、好ましくは、一般式(1-A)(化3)で表される化合物である。

【0010】

【化3】



(式中、 $X_1 \sim X_{30}$ はそれぞれ独立に水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、置換または未置換のアリール基を表し、 $X_1 \sim X_{30}$ から選ばれる互いに隣接する基、 X_7 と X_{24} 、および X_9 と X_{22} は互いに結合して、置換している炭素原子と共に、置換または未置換の炭素環式脂肪族環を形成していてもよい。)

【0011】一般式(1-A)で表される化合物において、 $X_1 \sim X_{30}$ はそれぞれ独立に水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、あるいは置換または未置換のアリール基を表し、さらに、 $X_1 \sim X_{30}$ から選ばれる互いに隣接する基、 X_7 と X_{24} 、および X_9 と X_{22} は互いに結合して、置換している炭素原子と共に、置換または未置換の炭素環式脂肪族環を形成していてもよいを表す。尚、本願発明において、アリール基とは、例えば、フェニル基、ナフチル基などの炭素環式芳香族基、例えば、フリル基、チエニル基、ピリジル基などの複素環式芳香族基を表す。

【0012】一般式(1-A)で表される化合物において、より好ましくは、 $X_1 \sim X_{30}$ は水素原子、ハロゲン原子、炭素数1~24の直鎖、分岐または環状のアルキル基、炭素数1~24の直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、あるいは炭素数4~24の置換または未置換のアリール基を表す。

【0013】一般式(1-A)における、 $X_1 \sim X_{30}$ の具体例としては、例えば、水素原子、例えば、フッ素原子、塩素原子、臭素原子などのハロゲン原子、例えば、メチル基、エチル基、*n*-プロピル基、イソプロピル基、*n*-ブチル基、イソブチル基、*sec*-ブチル基、*tert*-ブチル基、*n*-ペンチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、*tert*-ペンチル基、*n*-ヘキシル基、1-メチルペンチル基、4-メチル-2-ペンチル基、3, 3-ジメチルブチル基、2-エチルブチル基、*n*-ヘプチル基、1-メチルヘキシル基、シクロヘキシルメチル基、*n*-オクチル基、*tert*-オクチル基、1-メチルヘプチル基、2-エチルヘキシル基、2-プロピルペンチル基、*n*-ノニル基、2, 2-ジメチルヘプチル基、2, 6-ジメチル-4-ヘプチル基、3, 5, 5-トリメチルヘキシル基、*n*-デシル基、*n*-ウンデシル基、1-メチルデシル基、*n*-ドデシル基、*n*-トリデシル基、1-ヘキシルヘプチル基、*n*-テトラデシル基、*n*-ペンタデシル基、*n*-ヘキサデシル基、*n*-ヘプタデシル基、*n*-オクタデシル基、*n*-エイコシル基、*n*-トリコシル基、*n*-テトラコシル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基、4-メチルシクロヘキシル基、4-*tert*-ブチルシクロヘキシル基、シクロヘプチル基、シクロオクチル基などの直鎖、分岐または環状のアルキル基、

【0014】例えば、メトキシ基、エトキシ基、*n*-ブ

ロポキシ基、イソプロポキシ基、*n*-ブトキシ基、イソブトキシ基、*sec*-ブトキシ基、*n*-ペンチルオキシ基、ネオペンチルオキシ基、シクロペンチルオキシ基、*n*-ヘキシルオキシ基、3, 3-ジメチルブチルオキシ基、2-エチルブチルオキシ基、シクロヘキシルオキシ基、*n*-ヘプチルオキシ基、*n*-オクチルオキシ基、2-エチルヘキシルオキシ基、*n*-ノニルオキシ基、*n*-デシルオキシ基、*n*-ウンデシルオキシ基、*n*-ドデシルオキシ基、*n*-トリデシルオキシ基、*n*-テトラデシルオキシ基、*n*-ペンタデシルオキシ基、*n*-ヘキサデシルオキシ基、*n*-ヘプタデシルオキシ基、*n*-オクタデシルオキシ基、*n*-エイコシルオキシ基、*n*-トリコシルオキシ基、*n*-テトラコシルオキシ基などの直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、

【0015】例えば、フェニル基、2-メチルフェニル基、3-メチルフェニル基、4-メチルフェニル基、3-エチルフェニル基、4-エチルフェニル基、4-*n*-プロピルフェニル基、4-イソプロピルフェニル基、4-*n*-ブチルフェニル基、4-イソブチルフェニル基、4-*tert*-ブチルフェニル基、4-*n*-ペンチルフェニル基、4-イソペンチルフェニル基、4-*tert*-ペンチルフェニル基、4-*n*-ヘキシルフェニル基、4-シクロヘキシルフェニル基、4-*n*-ヘプチルフェニル基、4-*n*-オクチルフェニル基、4-*n*-ノニルフェニル基、4-*n*-デシルフェニル基、4-*n*-ウンデシルフェニル基、4-*n*-ドデシルフェニル基、4-*n*-トリデシルフェニル基、4-*n*-ヘキサデシルフェニル基、4-*n*-オクタデシルフェニル基、2, 3-ジメチルフェニル基、2, 4-ジメチルフェニル基、2, 5-ジメチルフェニル基、2, 6-ジメチルフェニル基、3, 4-ジメチルフェニル基、3, 5-ジメチルフェニル基、3, 4, 5-トリメチルフェニル基、2, 3, 5, 6-テトラメチルフェニル基、5-インダニル基、1, 2, 3, 4-テトラヒドロ-5-ナフチル基、1, 2, 3, 4-テトラヒドロ-6-ナフチル基、2-メトキシフェニル基、3-メトキシフェニル基、4-メトキシフェニル基、3-エトキシフェニル基、4-エトキシフェニル基、4-*n*-プロポキシフェニル基、4-イソプロポキシフェニル基、4-*n*-ブトキシフェニル基、4-イソブトキシフェニル基、4-*n*-ペンチルオキシフェニル基、4-*n*-ヘキシルオキシフェニル基、4-シクロヘキシルオキシフェニル基、4-*n*-ヘプチルオキシフェニル基、4-*n*-オクチルオキシフェニル基、4-*n*-ノニルオキシフェニル基、4-*n*-デシルオキシフェニル基、4-*n*-ウンデシルオキシフェニル基、4-*n*-ドデシルオキシフェニル基、4-*n*-トリデシルオキシフェニル基、4-*n*-ヘキサデシルオキシフェニル基、4-*n*-オクタデシルオキシフェニル基、

【0016】2, 3-ジメトキシフェニル基、2, 4-ジメトキシフェニル基、2, 5-ジメトキシフェニル

基、3, 4-ジメトキシフェニル基、3, 5-ジメトキシフェニル基、3, 5-ジエトキシフェニル基、2-メトキシ-4-メチルフェニル基、2-メトキシ-5-メチルフェニル基、3-メトキシ-4-メチルフェニル基、2-メチル-4-メトキシフェニル基、3-メチル-4-メトキシフェニル基、3-メチル-5-メトキシフェニル基、2-フルオロフェニル基、3-フルオロフェニル基、4-フルオロフェニル基、2-クロロフェニル基、3-クロロフェニル基、4-クロロフェニル基、4-ブromoフェニル基、4-トリフルオロメチルフェニル基、2, 4-ジフルオロフェニル基、2, 4-ジクロロフェニル基、3, 4-ジクロロフェニル基、3, 5-ジクロロフェニル基、2-メチル-4-クロロフェニル基、2-クロロ-4-メチルフェニル基、3-クロロ-4-メチルフェニル基、2-クロロ-4-メトキシフェニル基、3-メトキシ-4-フルオロフェニル基、3-メトキシ-4-クロロフェニル基、3-フルオロ-4-メトキシフェニル基、4-フェニルフェニル基、3-フェニルフェニル基、4-(4'-メチルフェニル)フェニル基、4-(4'-メトキシフェニル)フェニル基、1-ナフチル基、2-ナフチル基、4-メチル-1-ナフチル基、4-エトキシ-1-ナフチル基、6-n-ブチル-2-ナフチル基、6-メトキシ-2-ナフチル基、7-エトキシ-2-ナフチル基、2-フリル基、2-チエニル基、3-チエニル基、2-ピリジル基、3-ピリジル基、4-ピリジル基などの置換または未置換のアリール基を挙げることができ、より好ましくは、水素原子、フッ素原子、塩素原子、炭素数1~20の直鎖、分岐または環状のアルキル基、炭素数1~20の直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、あるいは炭素数6~20のアリール基であり、さらに好ましくは、水素原子、炭素数1~16の直鎖、分岐または環状のアルキル基、

あるいは炭素数6~20の置換または未置換のアリール基である。

【0017】さらに、 $X_1 \sim X_{30}$ のうち互いに隣接する基、 X_7 と X_{24} 、および X_9 と X_{22} は互いに結合して、置換している炭素原子と共に、置換または未置換の炭素環式脂肪族環を形成していてもよく、好ましくは、総炭素数4~20の置換または未置換の炭素環式脂肪族環を形成していてもよい。

【0018】一般式(1-A)において、 X_4 、 X_7 、 X_9 、 X_{12} 、 X_{19} 、 X_{22} 、 X_{24} および X_{27} が炭素数1~16の直鎖、分岐または環状のアルキル基、あるいは炭素数6~20の置換または未置換のアリール基であり、且つその他のXが水素原子である化合物がより好ましい。

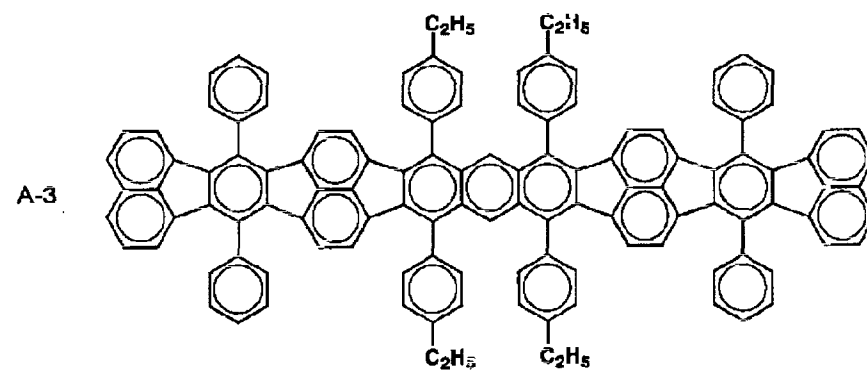
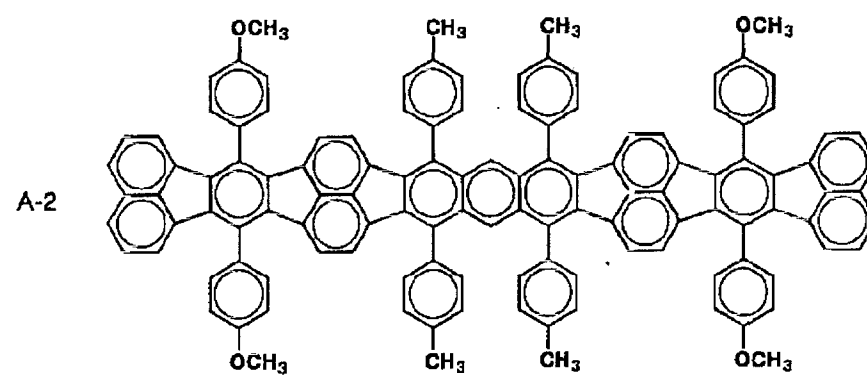
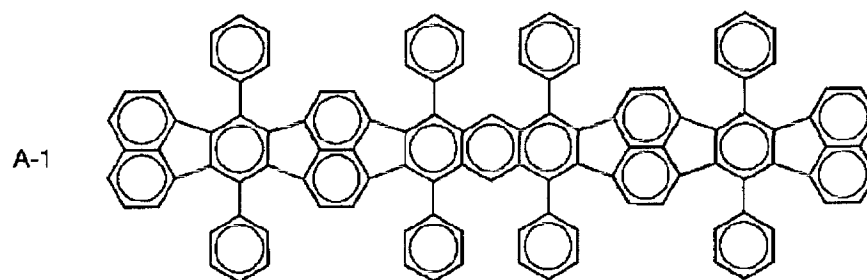
【0019】本発明の有機電界発光素子においては、ビスナフト[1',8':5,6,7]-s-インダセノ[1,2,3-cd:1',2',3'-c'd']ベンゾ[1,2-k:4,5-k']ジフルオランテン誘導体を少なくとも1種使用することが特徴であり、例えば、ビスナフト[1',8':5,6,7]-s-インダセノ[1,2,3-cd:1',2',3'-c'd']ベンゾ[1,2-k:4,5-k']ジフルオランテン誘導体を発光成分として発光層に用いると、従来にはない、高輝度で耐久性に優れた赤色に発光する有機電界発光素子を提供することが可能となる。また、他の発光成分と組み合わせて発光層を形成すると、高輝度で耐久性に優れた白色に発光する有機電界発光素子も提供することが可能となる。

【0020】本発明に係る化合物Aの具体例としては、例えば、以下の化合物(化4~化27)を挙げることができるが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0021】

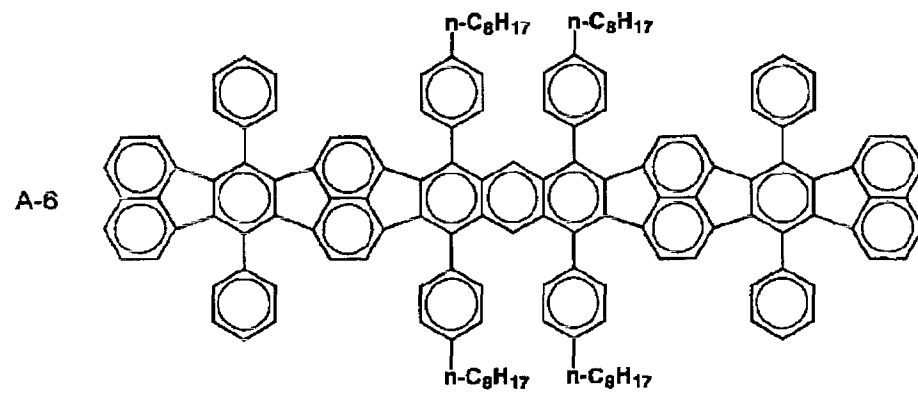
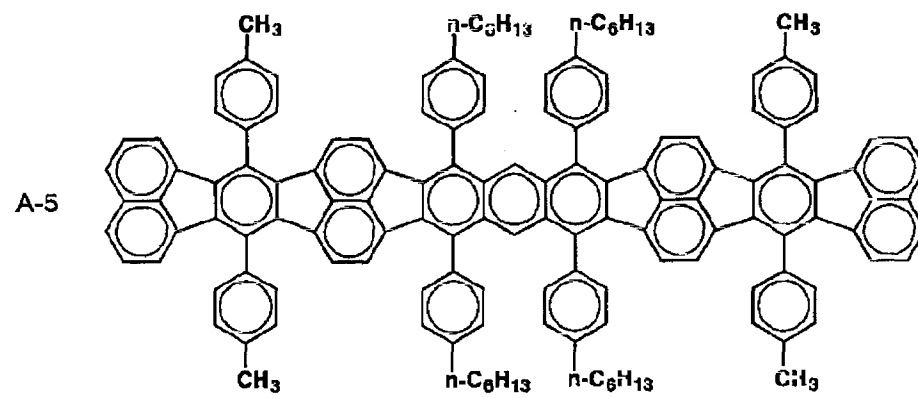
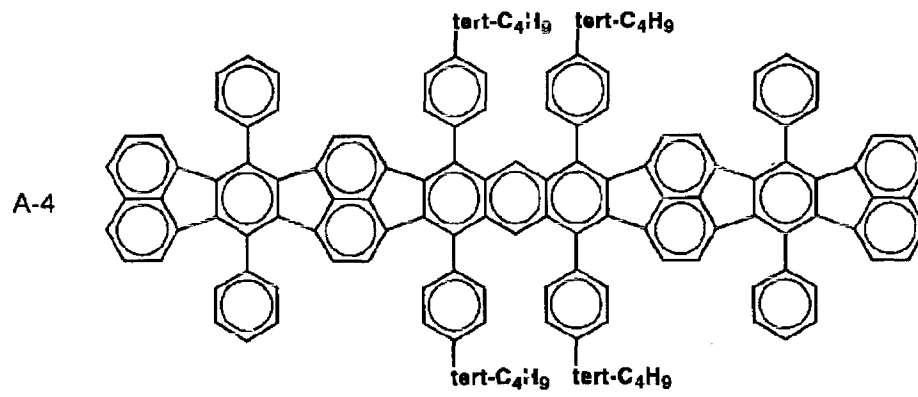
【化4】

例示化合物番号



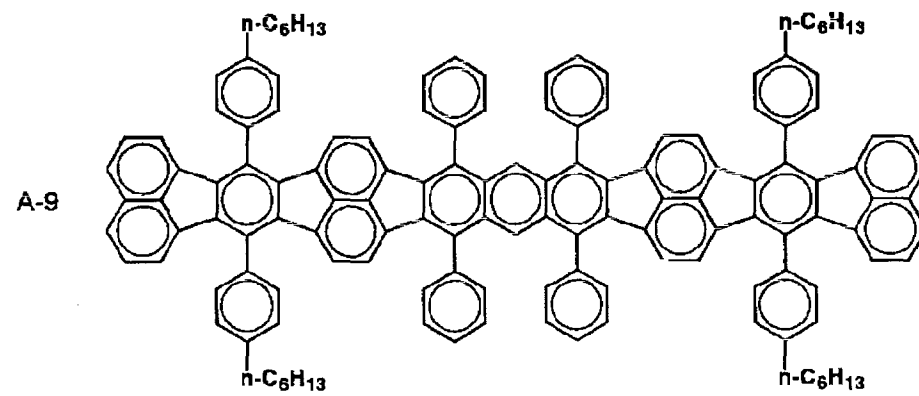
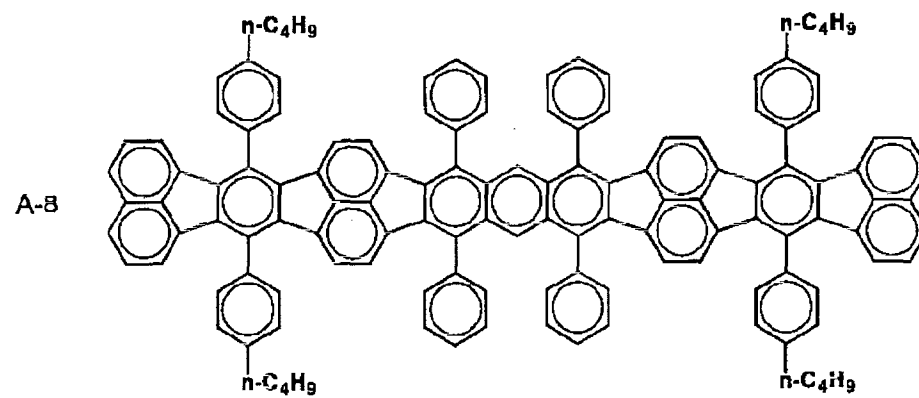
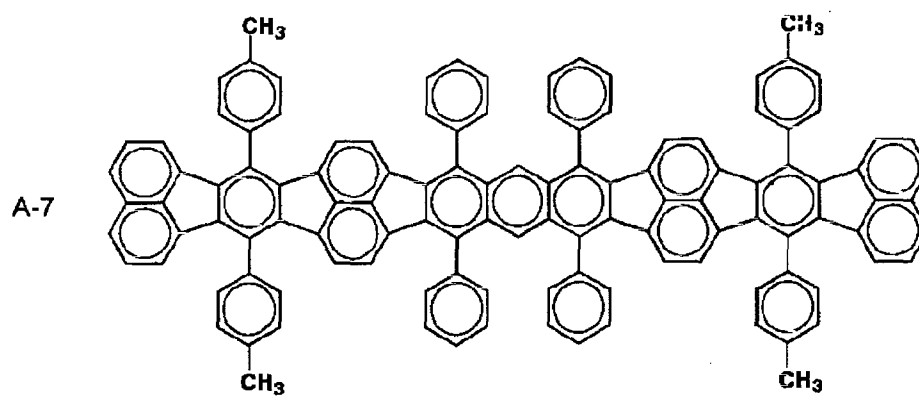
【0022】

【化5】



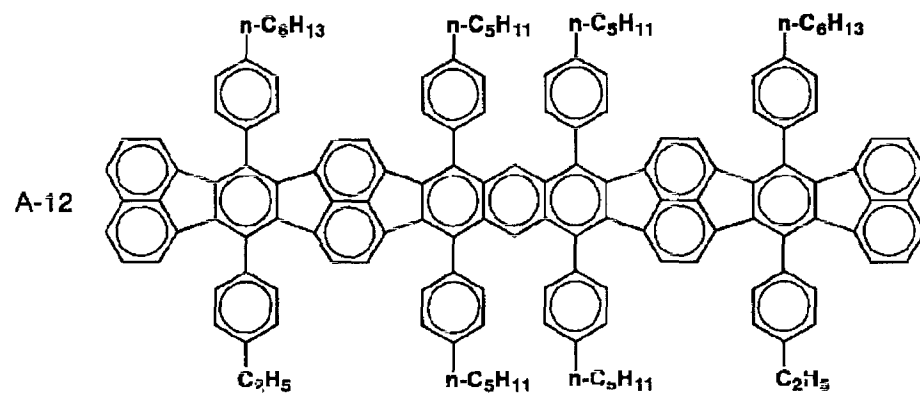
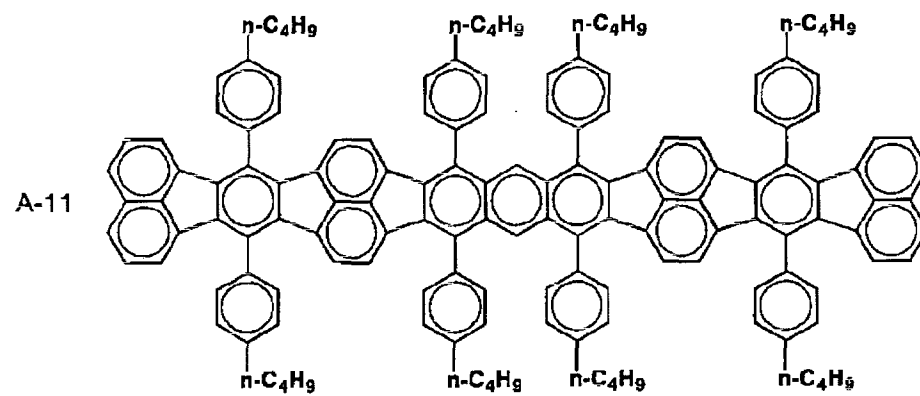
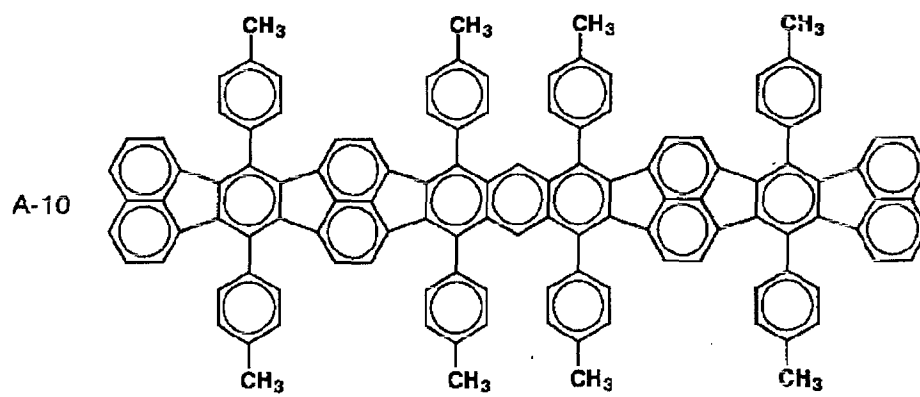
【0023】

【化6】



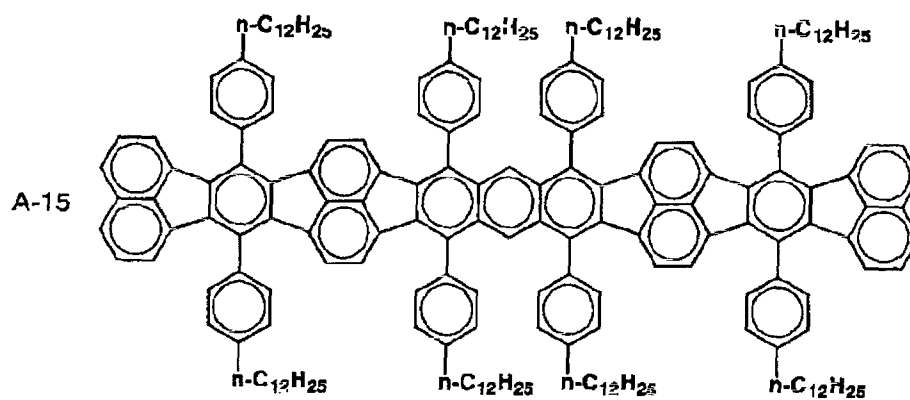
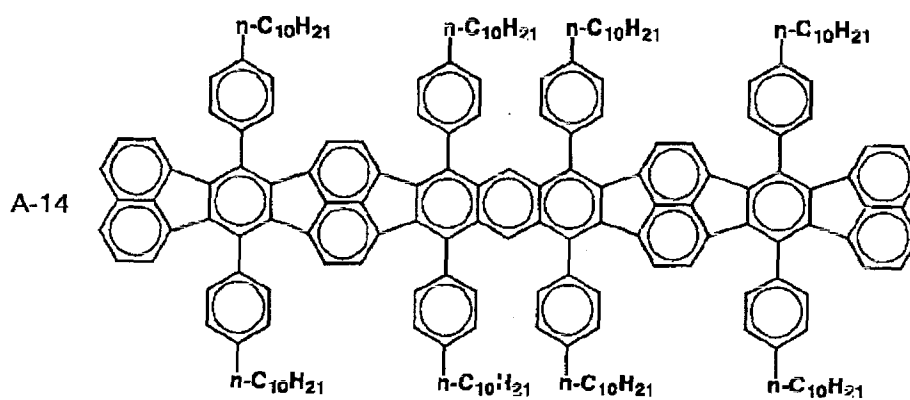
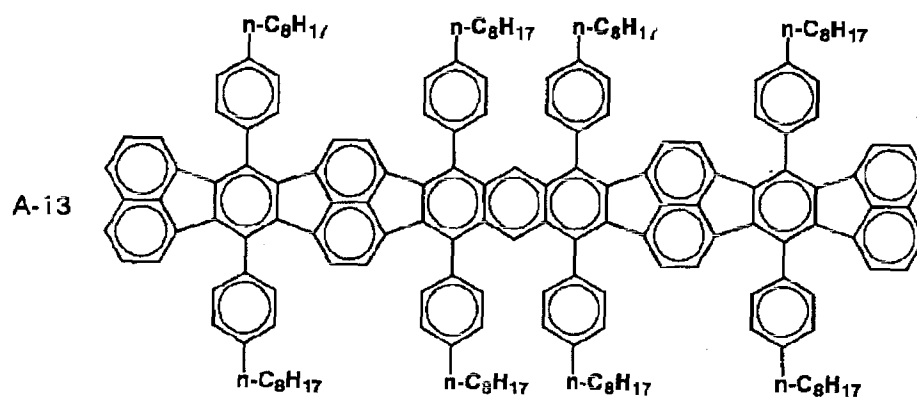
【0024】

【化7】



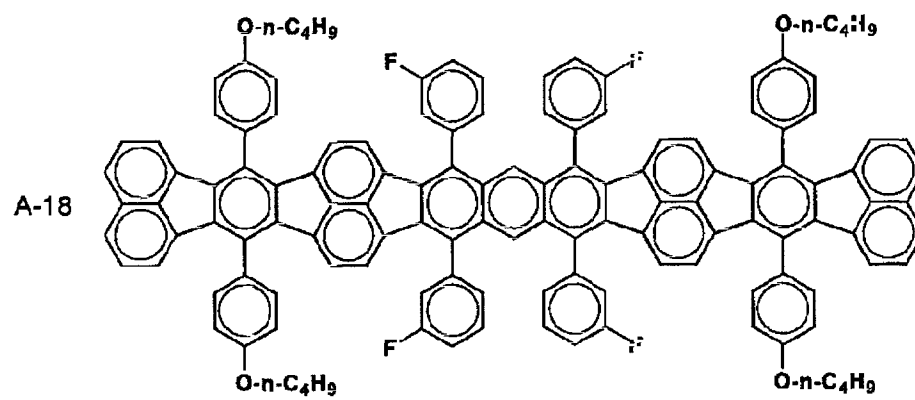
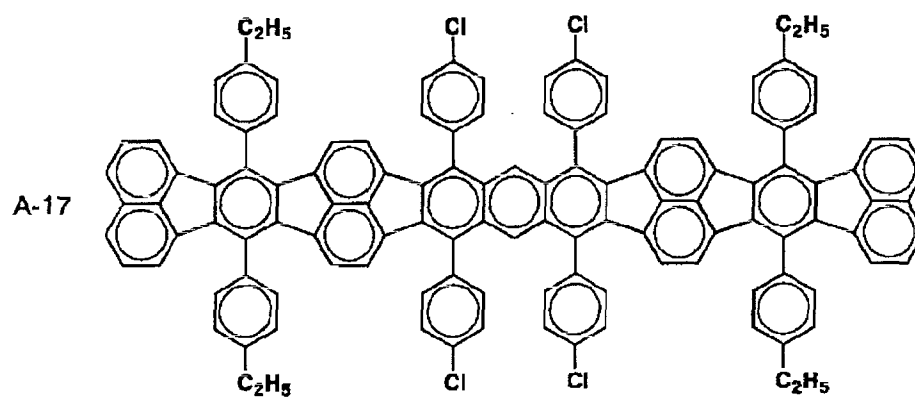
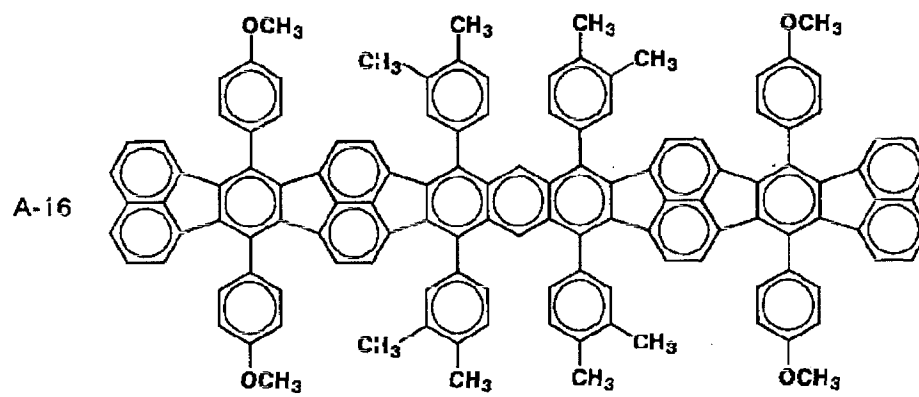
【0025】

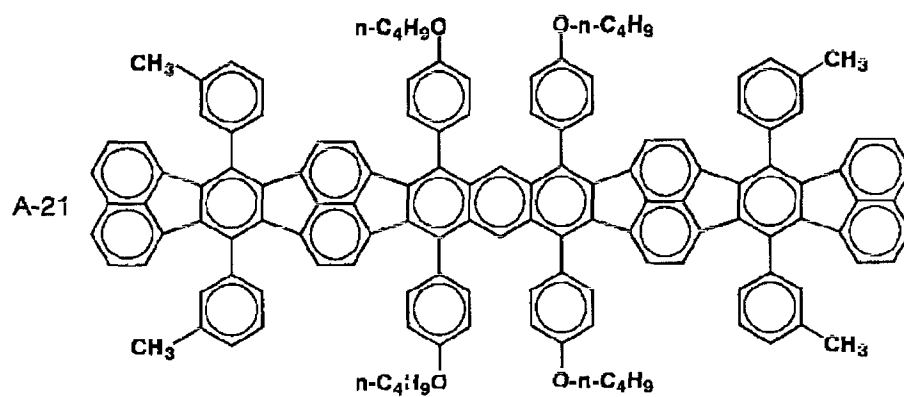
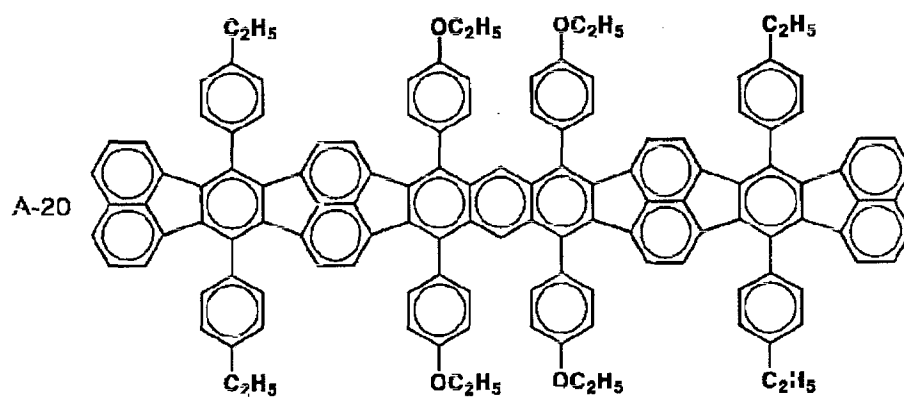
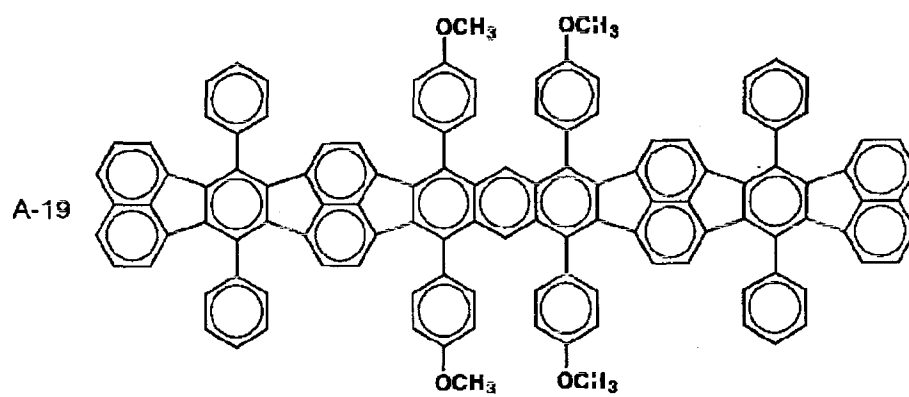
【化8】

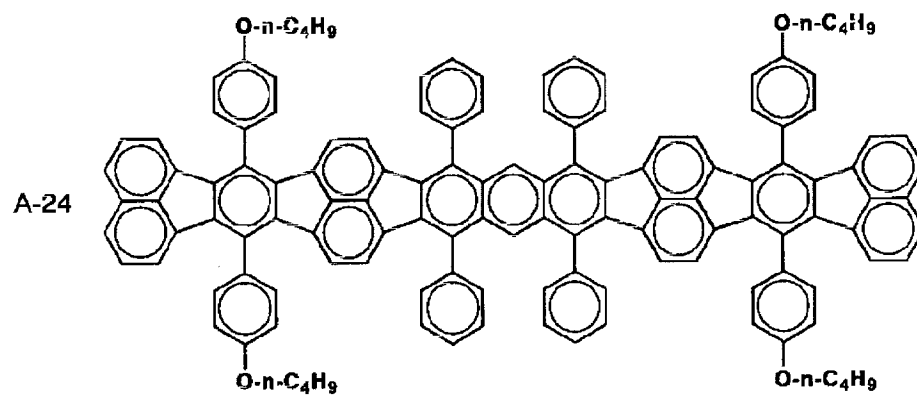
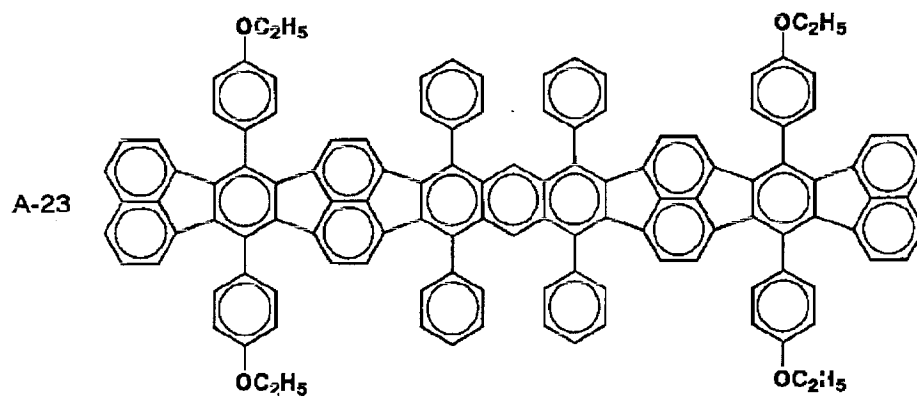
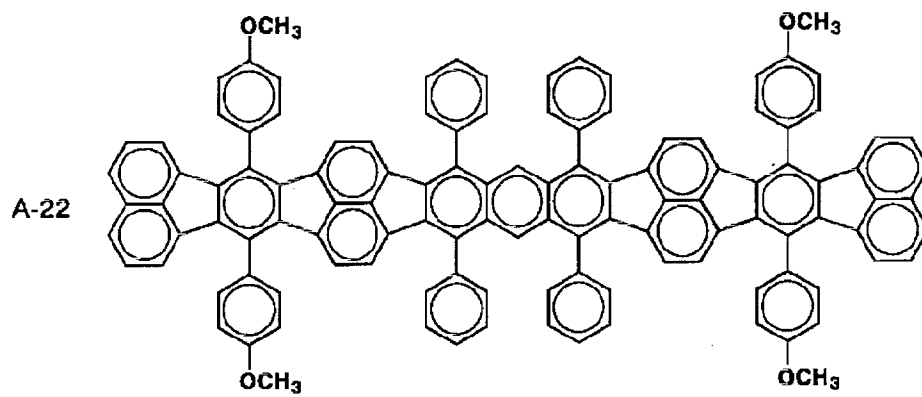


【0026】

【化9】

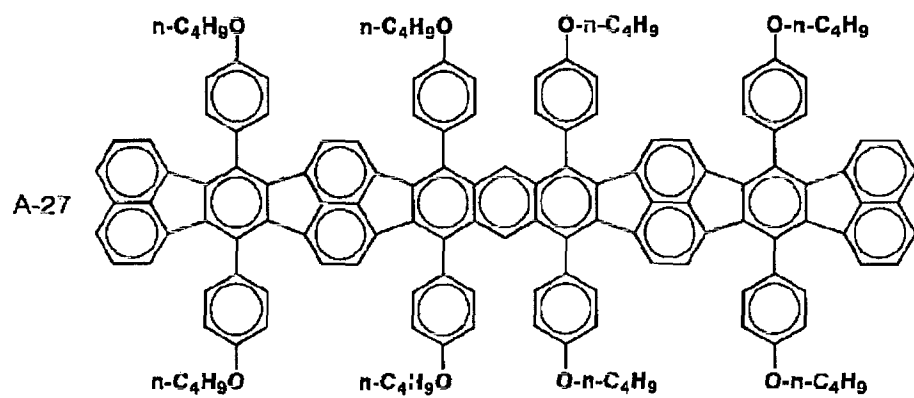
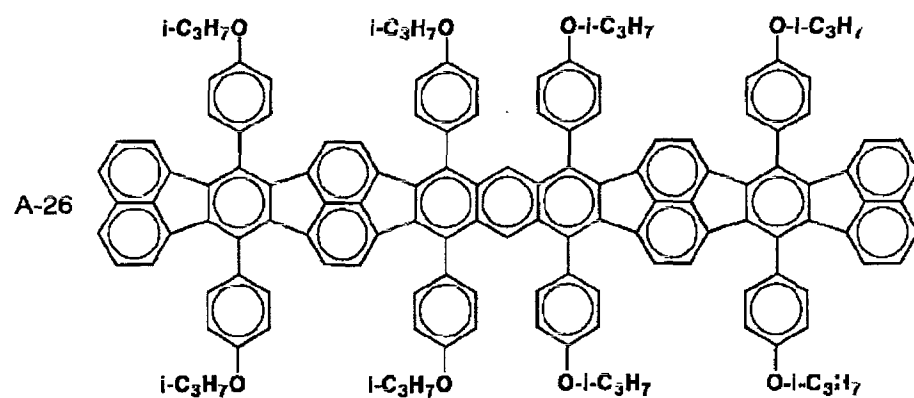
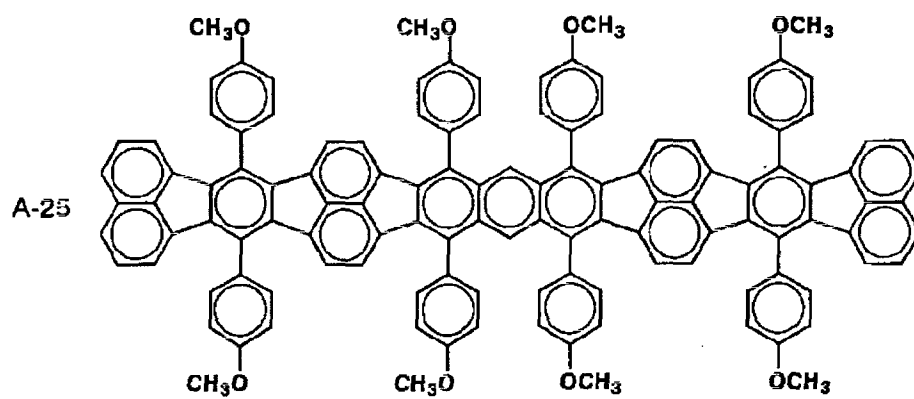






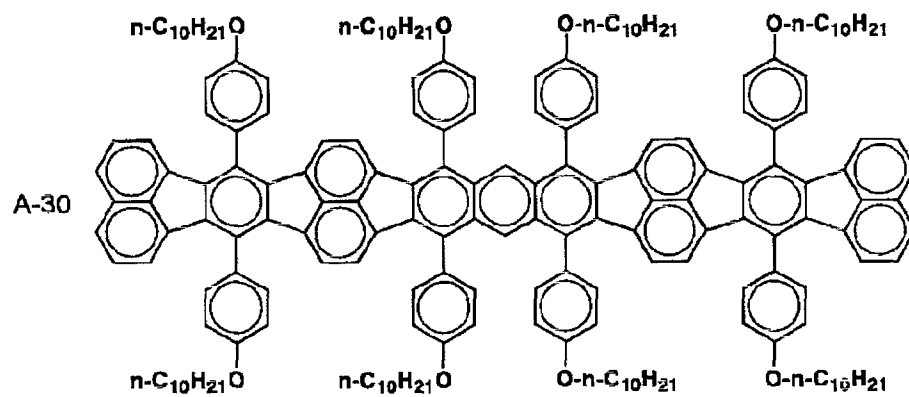
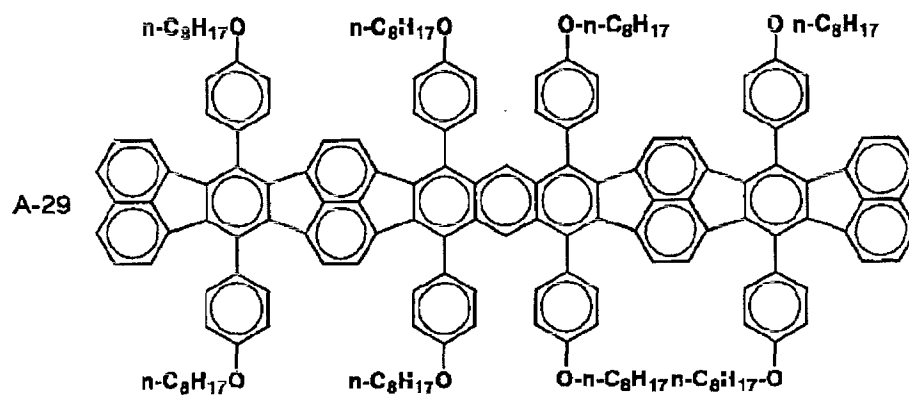
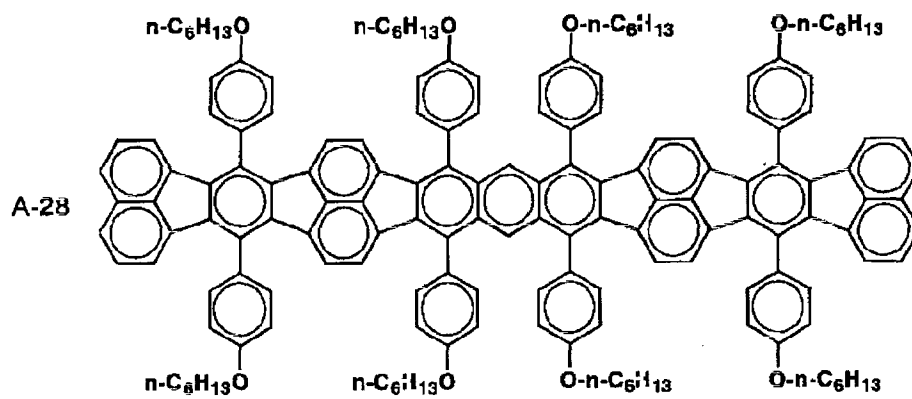
【0029】

【化12】



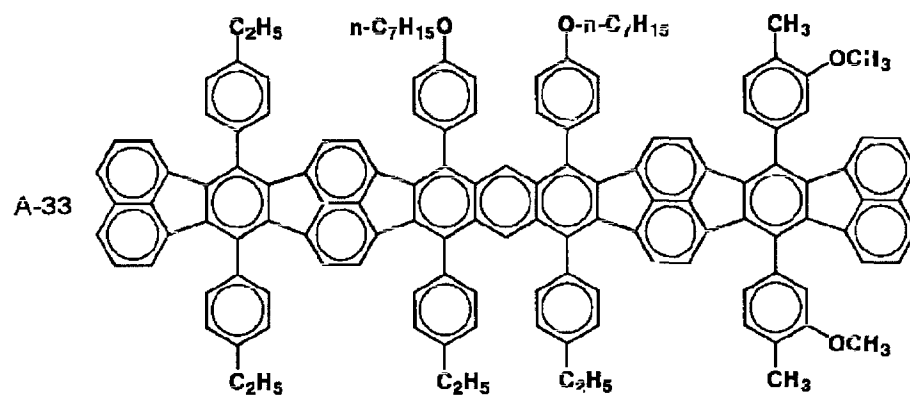
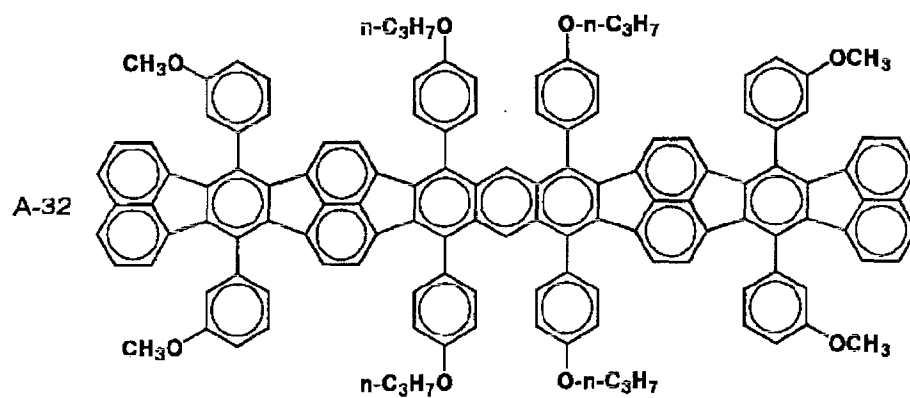
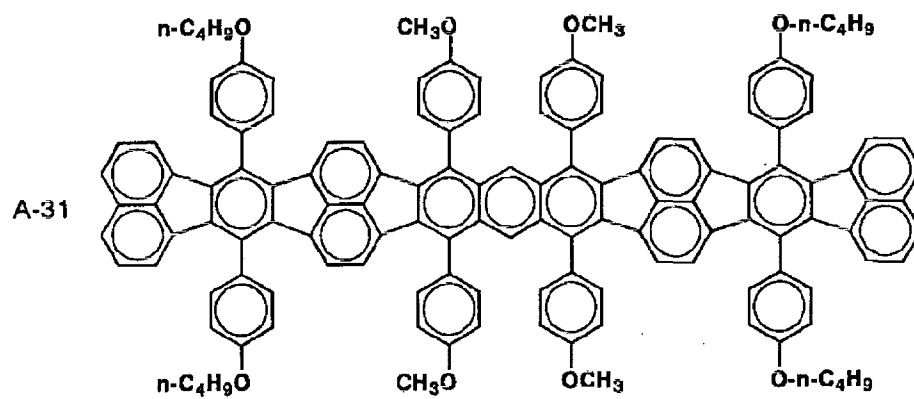
【0030】

【化13】



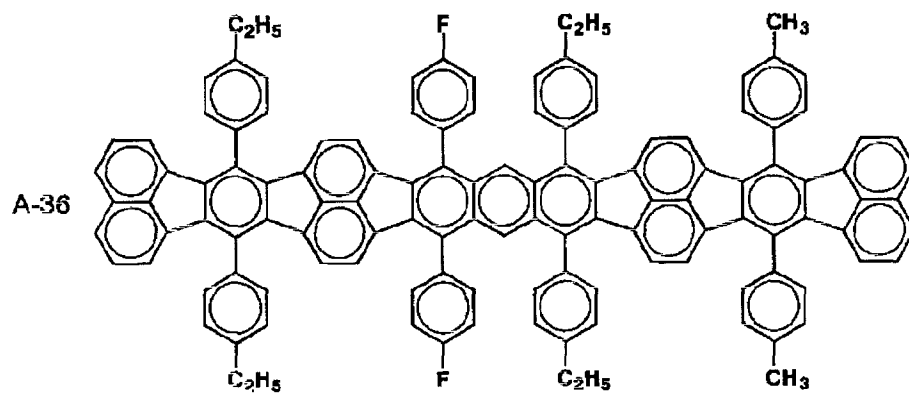
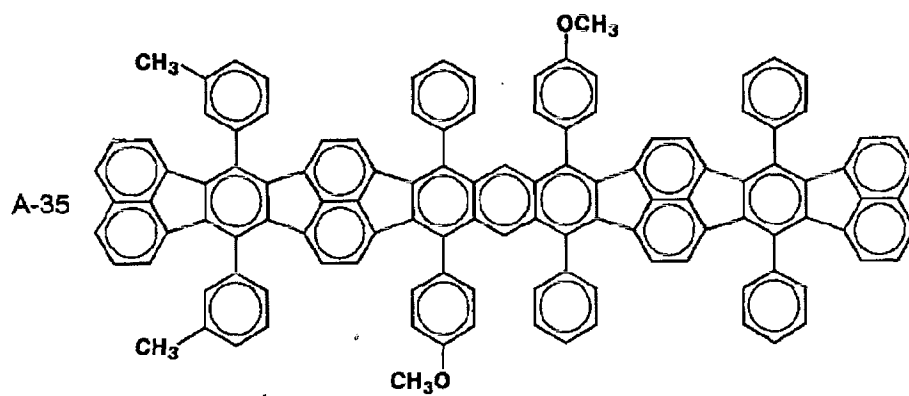
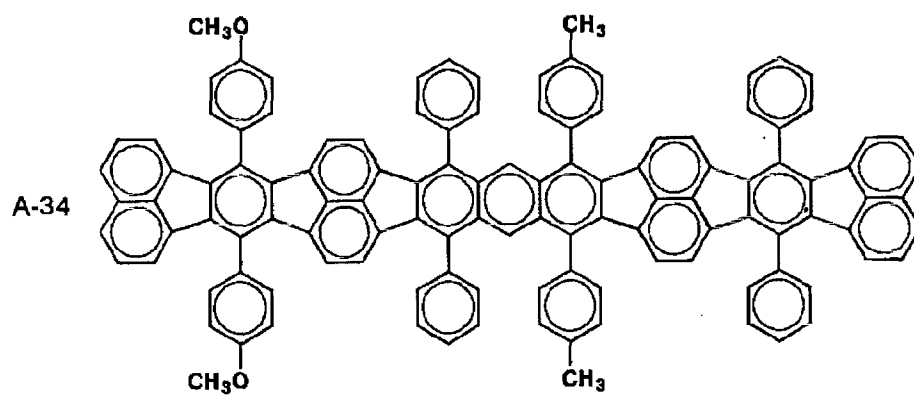
【0031】

【化14】

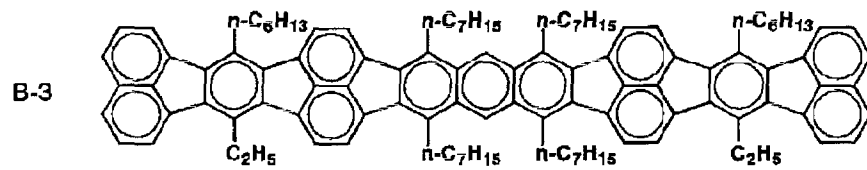
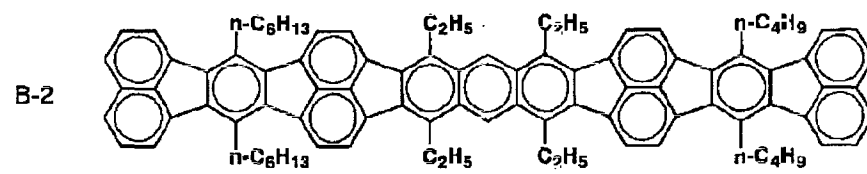
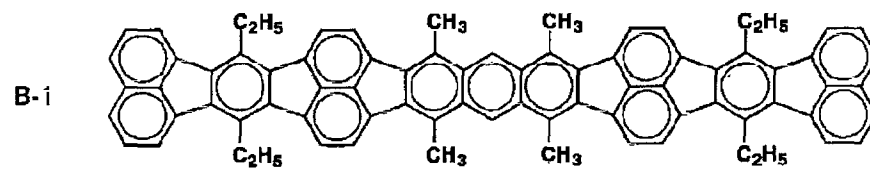


【 0 0 3 2 】

【 化 1 5 】

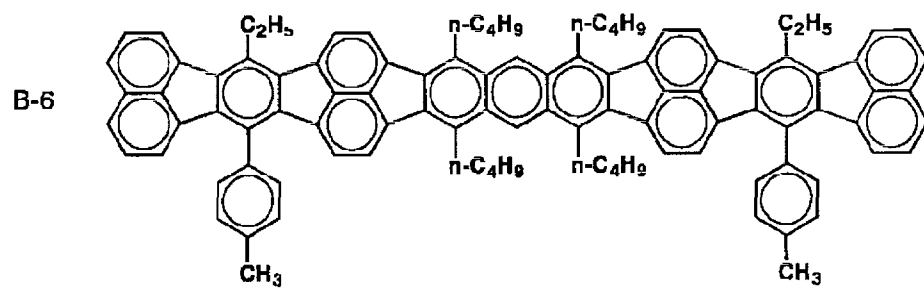
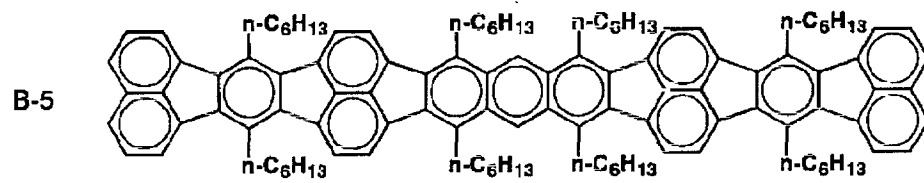
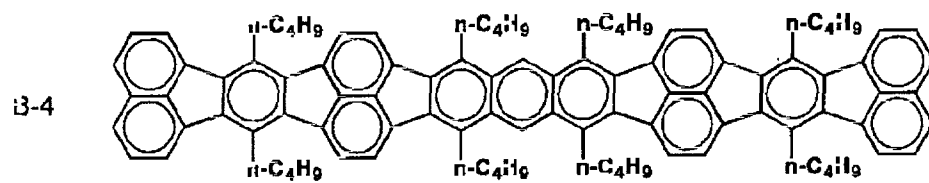


例示化合物番号



【0034】

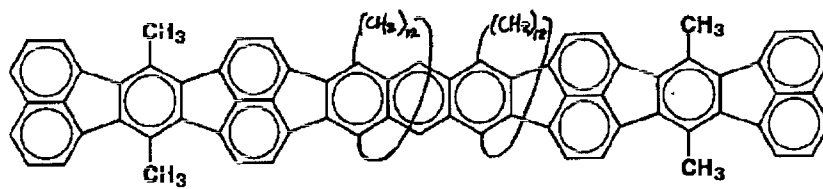
【化17】



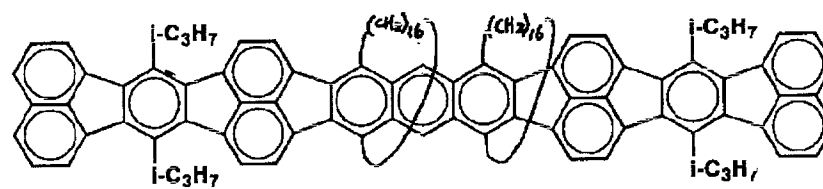
【0035】

【化18】

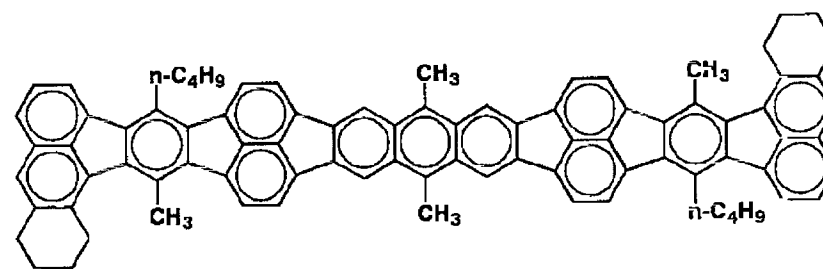
B-7



B-8



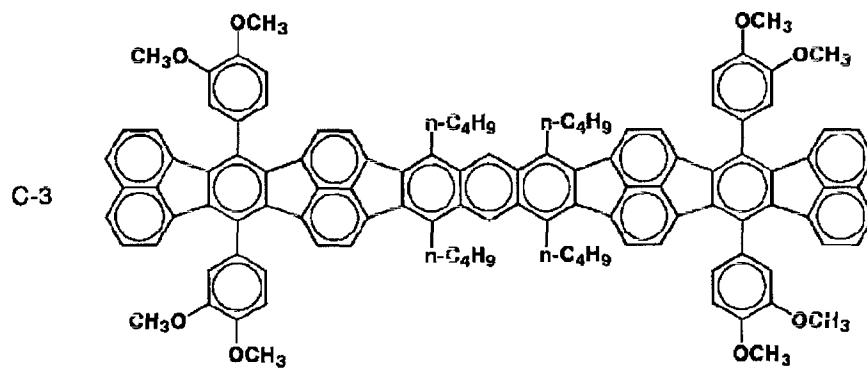
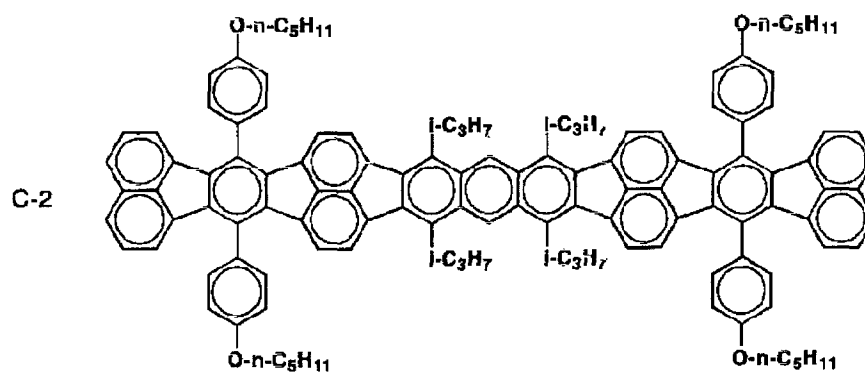
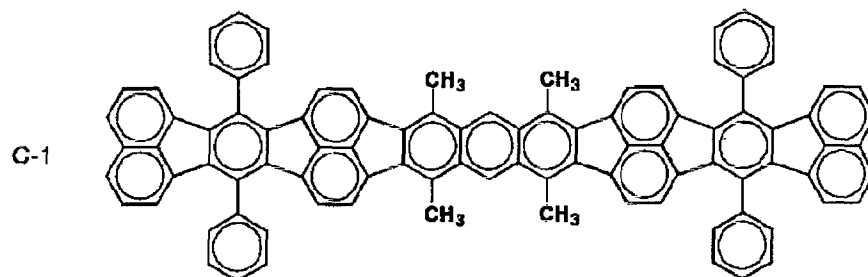
B-9



【0036】

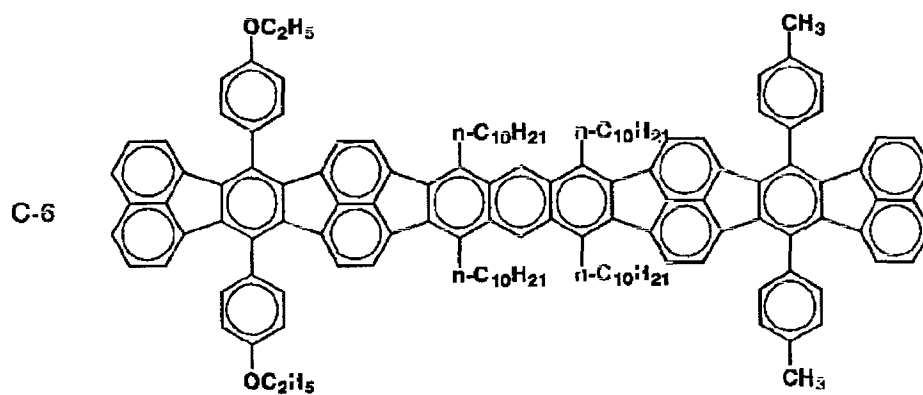
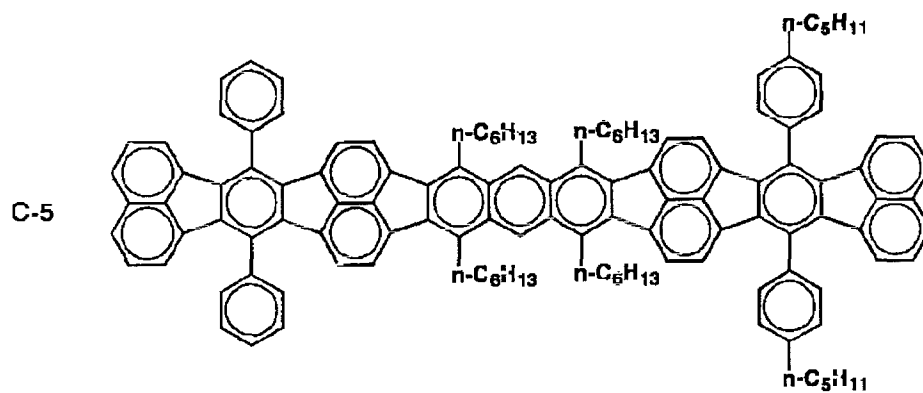
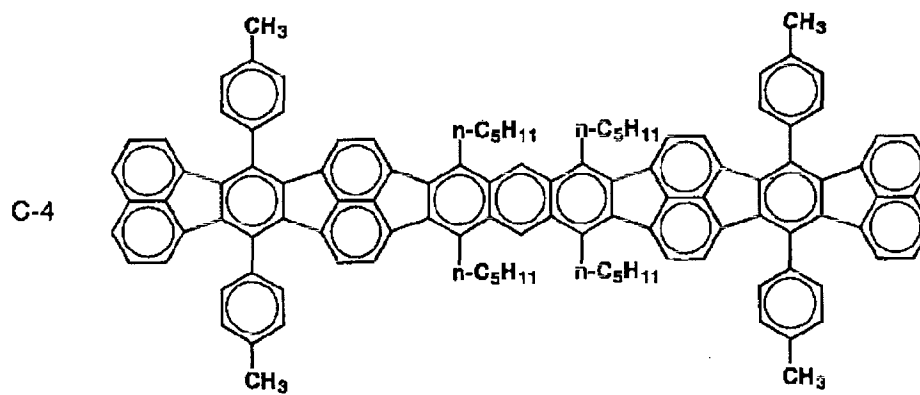
【化19】

例示化合物番号



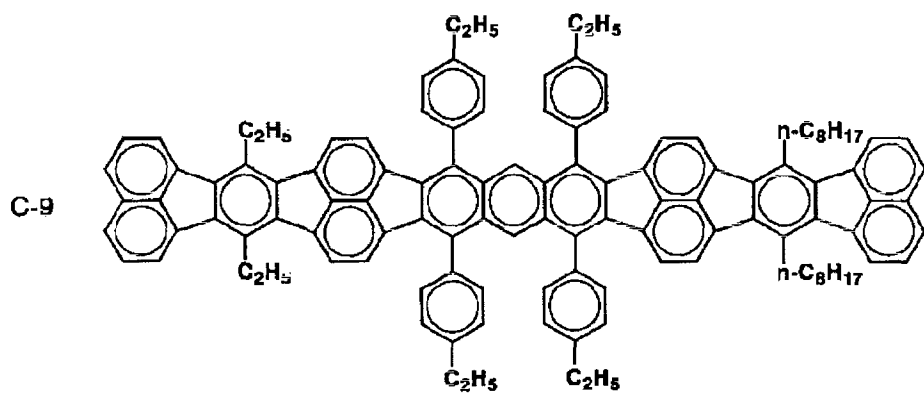
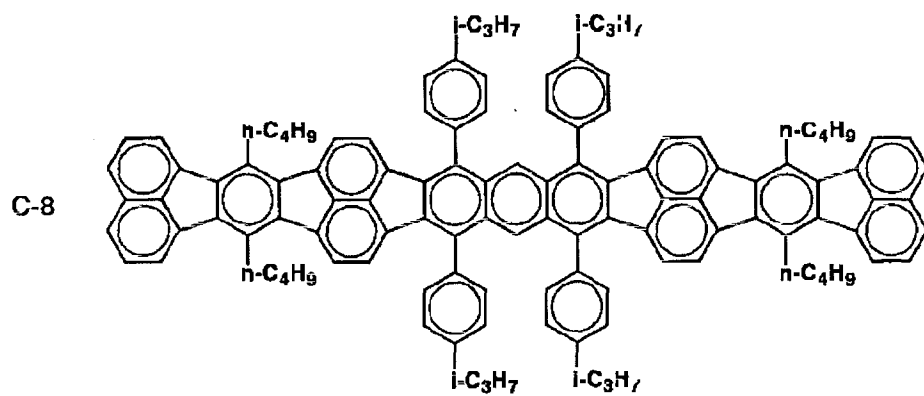
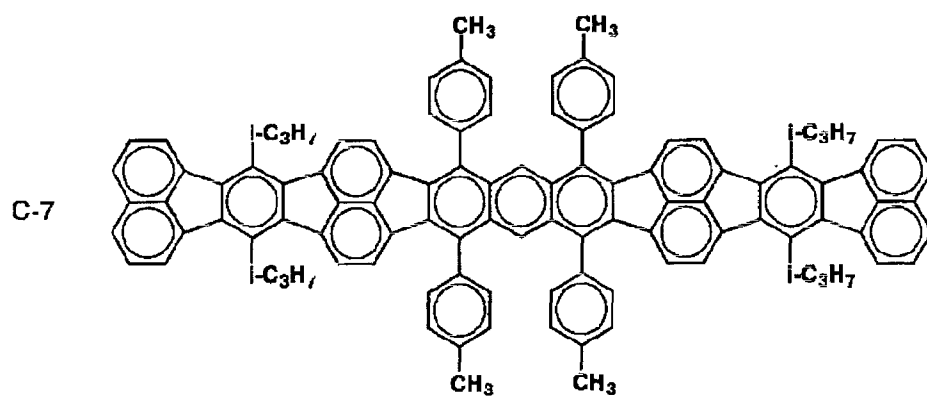
【0037】

【化20】



【0038】

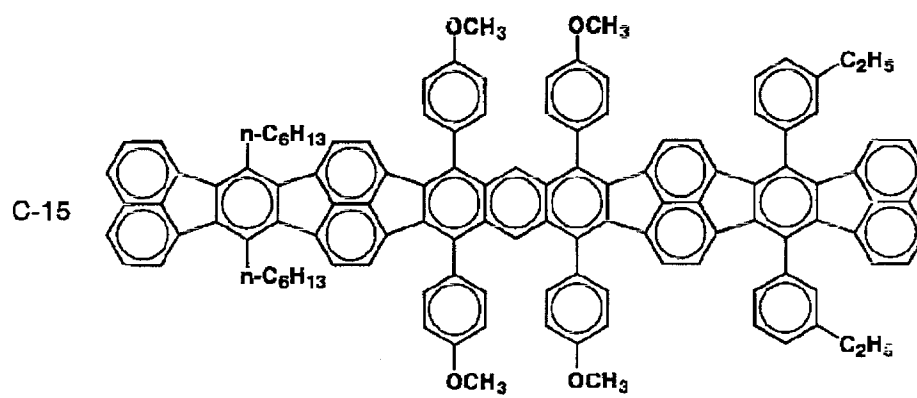
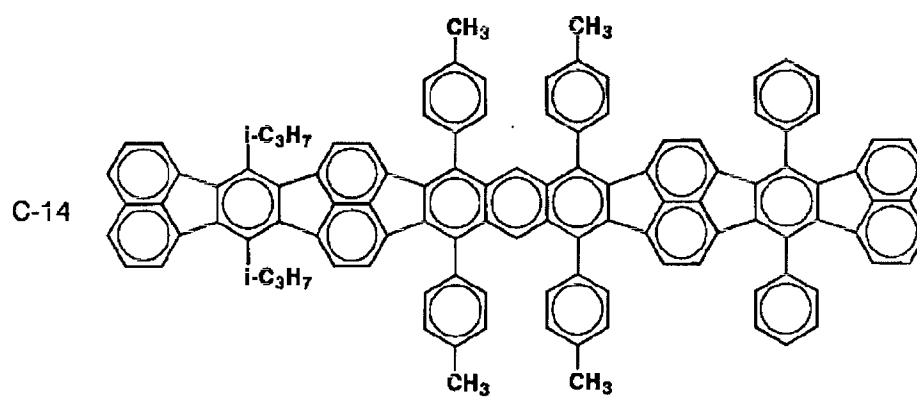
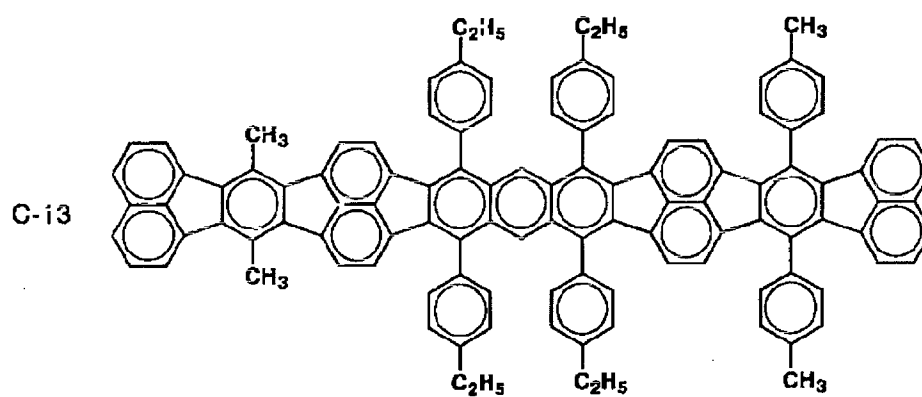
【化21】



【0039】

【化22】

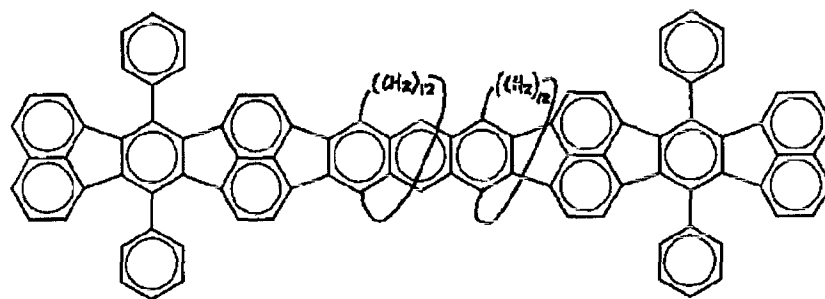




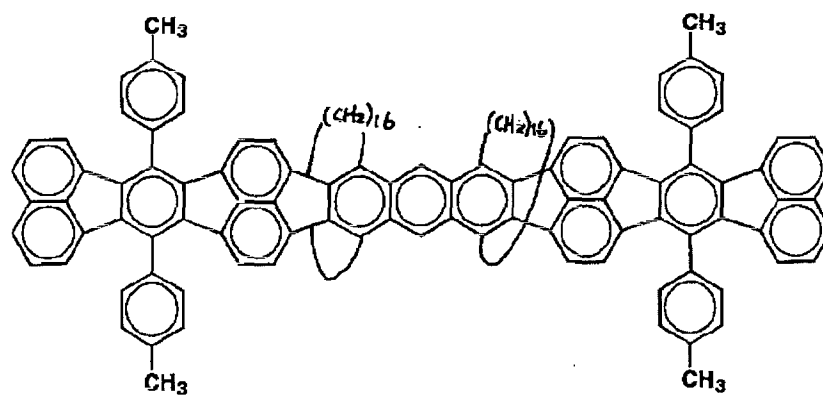
【0041】

【化24】

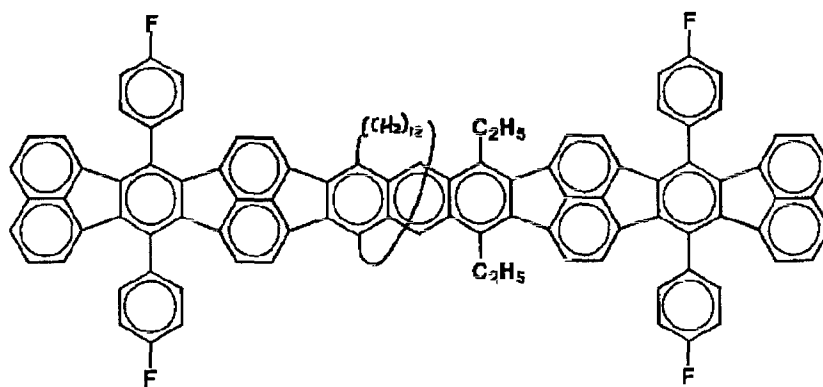
C-16



C-17



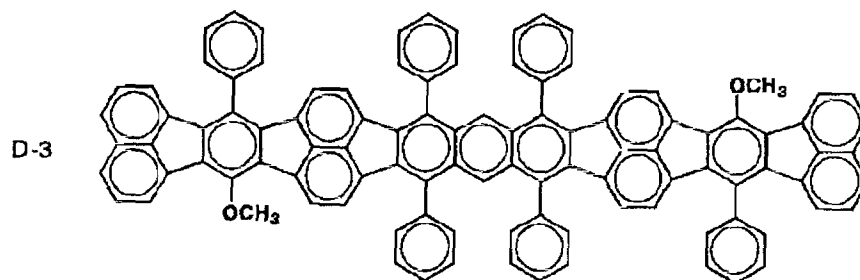
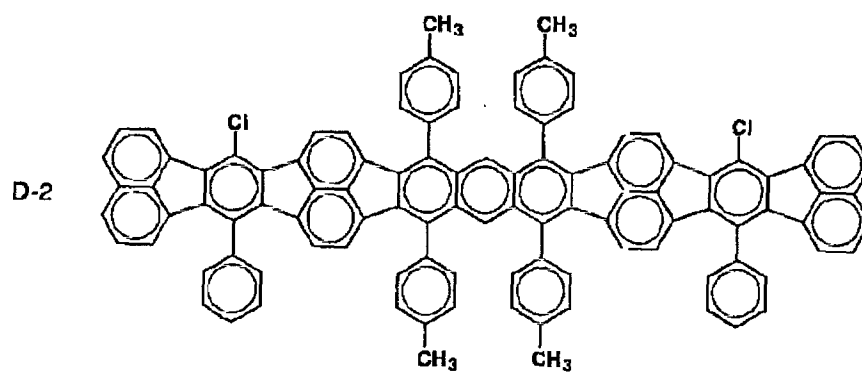
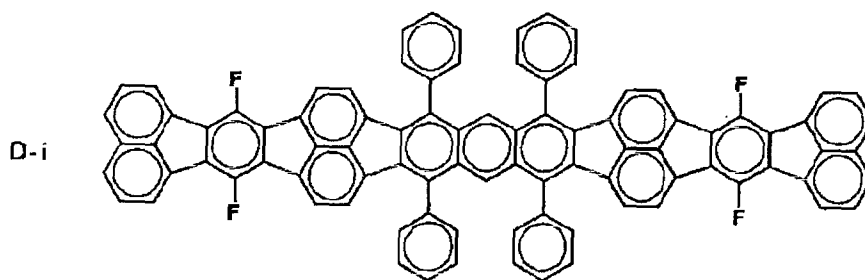
C-18



【0042】

【化25】

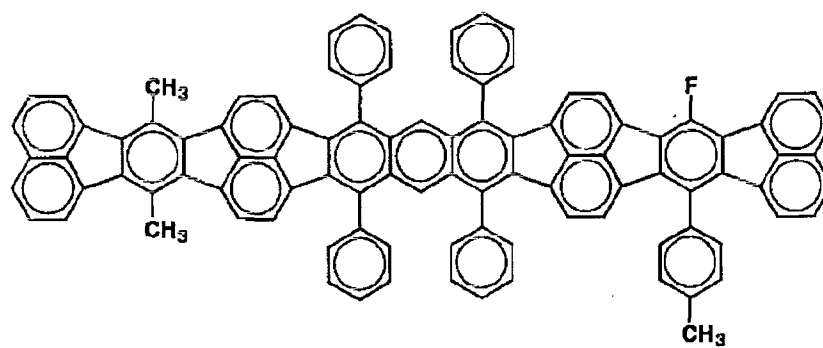
例示化合物番号



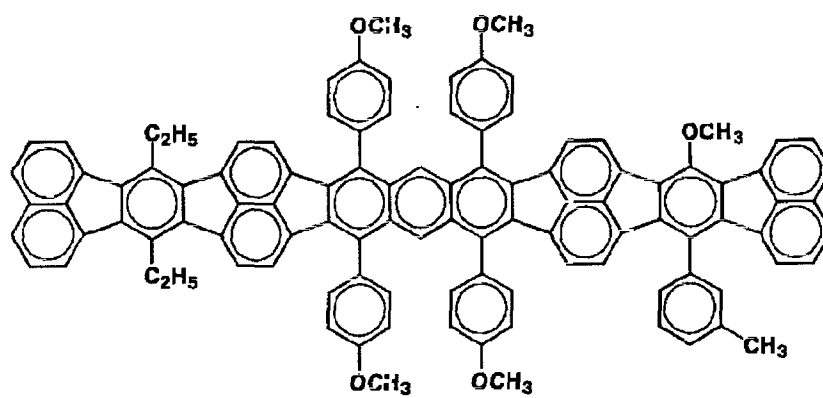
【0043】

【化26】

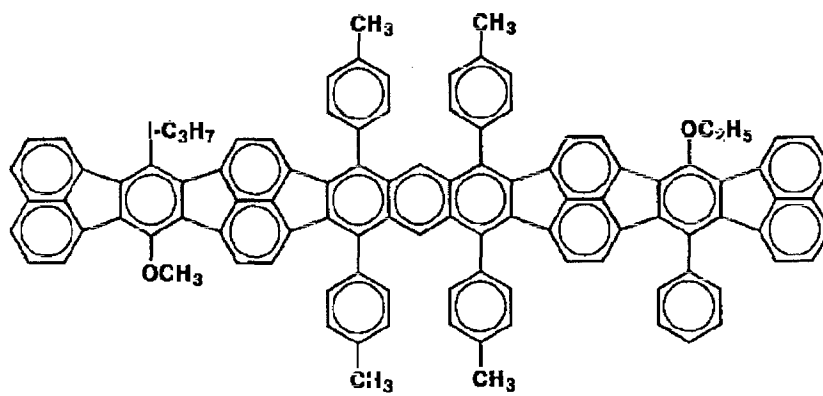
D-4



D-5

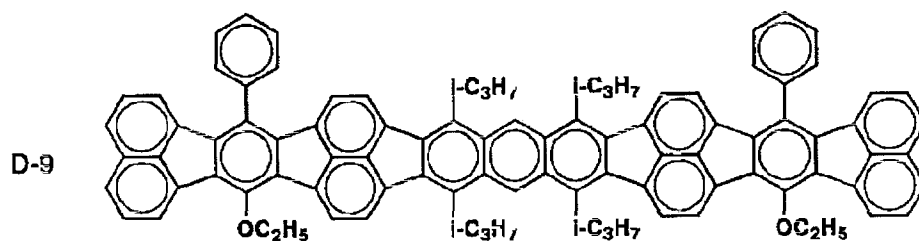
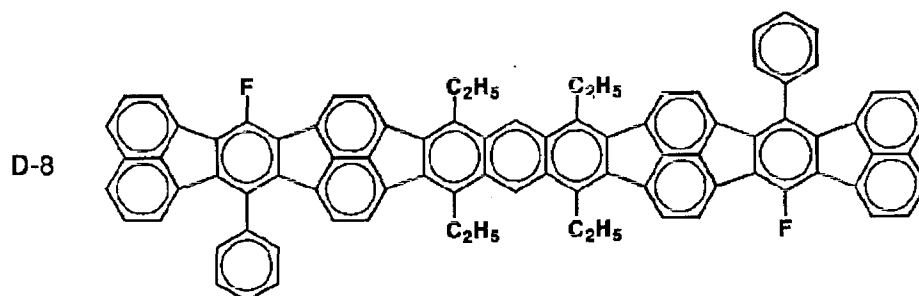
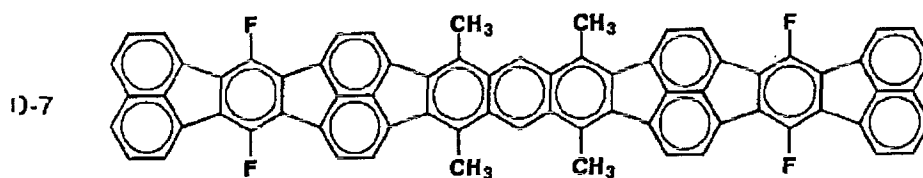


D-6



【0044】

【化27】

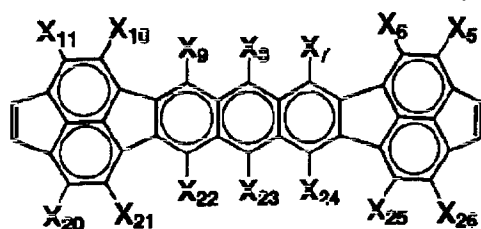


【0045】本発明に係る化合物A、例えば、一般式(1-A)で表される化合物は、それ自体公知の方法〔例えば、Angew. Chem. Int. Ed. Engl., 36、1996(1997)に記載の方法〕に従って製造することができる。すなわち、例えば、一般式(2)(化28)で表さ

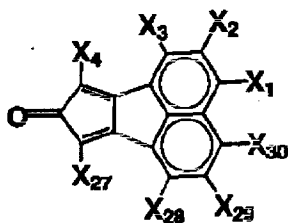
れる化合物に、一般式(3)(化28)で表される化合物、および一般式(4)(化28)で表される化合物を作用させることにより製造することができる。

【0046】

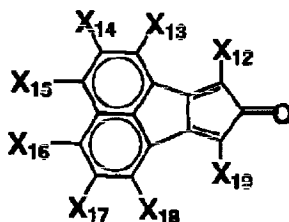
【化28】



(2)



(3)



(4)

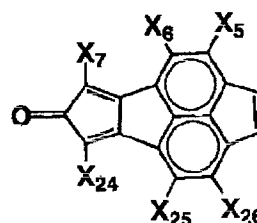
〔上式中、 $X_1 \sim X_{30}$ は一般式(1-A)と同じ意味を表す。〕

【0047】尚、一般式(2)で表される化合物は、それ自体公知の方法〔例えば、Angew.Chem. Int. Ed. Eng 1., 36, 1996 (1997)、Synlett, 75 (1994)に記載の方法〕に従って製造することができる。すなわち、一般式(5)(化29)で表される化合物と一般式(6)

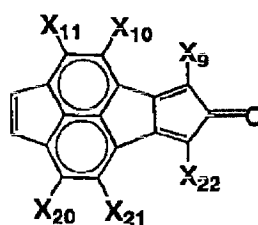
(化29)で表される化合物、および一般式(7)(化29)で表される1,4-ベンザジイン誘導体を用いて製造することができる。

【0048】

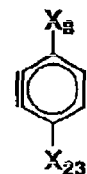
【化29】



(5)



(6)



(7)

〔上式中、 $X_5 \sim X_{11}$ 、および $X_{20} \sim X_{26}$ は一般式(1-A)と同じ意味を表す。〕

【0049】尚、一般式(3)および一般式(4)で表されるシクロペンタ[a]アセナフチレン-8-オン誘導体は、それ自体公知の方法〔例えば、Chem. Rev., 65, 261 (1965)に記載の方法〕に従って製造することができ

る。

【0050】尚、本発明に係る化合物A、例えば、一般式(1-A)で表される化合物は、場合により使用した溶媒(例えば、トルエンなどの芳香族炭化水素系溶媒)との溶媒和物を形成した型で製造されることがあるが、本発明の有機電界発光素子には、本発明に係る化合物Aの無溶媒和物は勿論、このような溶媒和物をも使用することができる。本発明に係る化合物A、例えば、一般式(1-A)で表される化合物を、有機電界発光素子に使用する場合、再結晶法、カラムクロマトグラフィー法、昇華精製法などの精製方法、あるいはこれらの方法を併用して、純度を高めた化合物を使用することは好ましいことである。

【0051】有機電界発光素子は、通常、一对の電極間に、少なくとも1種の発光成分を含有する発光層を、少なくとも一層挟持してなるものである。発光層に使用する化合物の正孔注入および正孔輸送、電子注入および電子輸送の各機能レベルを考慮し、所望に応じて、正孔注入輸送成分を含有する正孔注入輸送層および/または電子注入輸送成分を含有する電子注入輸送層を設けることもできる。例えば、発光層に使用する化合物の正孔注入機能、正孔輸送機能および/または電子注入機能、電子輸送機能が良好な場合には、発光層が正孔注入輸送層および/または電子注入輸送層を兼ねた型の素子の構成とすることができる。勿論、場合によっては、正孔注入輸送層および電子注入輸送層の両方の層を設けない型の素子(一層型の素子)の構成とすることもできる。また、正孔注入輸送層、電子注入輸送層および発光層のそれぞれの層は、一層構造であっても多層構造であってもよく、正孔注入輸送層および電子注入輸送層は、それぞれの層において、注入機能を有する層と輸送機能を有する層を別々に設けて構成することもできる。

【0052】本発明の有機電界発光素子において、本発明に係る化合物Aは、正孔注入輸送成分、発光成分または電子注入輸送成分に用いることが好ましく、正孔注入輸送成分または発光成分に用いることがより好ましく、発光成分に用いることが特に好ましい。本発明の有機電界発光素子においては、本発明に係る化合物Aは、単独で使用してもよく、あるいは複数併用してもよい。

【0053】本発明の有機電界発光素子の構成としては、特に限定するものではなく、例えば、(A)陽極/正孔注入輸送層/発光層/電子注入輸送層/陰極型素子(図1)、(B)陽極/正孔注入輸送層/発光層/陰極型素子(図2)、(C)陽極/発光層/電子注入輸送層/陰極型素子(図3)、(D)陽極/発光層/陰極型素子(図4)などを挙げることができる。さらには、発光層を電子注入輸送層で挟み込んだ型の素子である(E)陽極/正孔注入輸送層/電子注入輸送層/発光層/電子注入輸送層/陰極型素子(図5)とすることもできる。(D)型の素子構成としては、発光成分を一層形態で

対の電極間に挟持させた型の素子は勿論であるが、さらには、例えば、(F)正孔注入輸送成分、発光成分および電子注入輸送成分を混合させた一層形態で一对の電極間に挟持させた型の素子(図6)、(G)正孔注入輸送成分および発光成分を混合させた一層形態で一对の電極間に挟持させた型の素子(図7)、(H)発光成分および電子注入輸送成分を混合させた一層形態で一对の電極間に挟持させた型の素子(図8)がある。

【0054】本発明の有機電界発光素子においては、これらの素子構成に限るものではなく、それぞれの型の素子において、正孔注入輸送層、発光層、電子注入輸送層を複数層設けたりすることができる。また、それぞれの型の素子において、正孔注入輸送層と発光層との間に、正孔注入輸送成分と発光成分の混合層および/または発光層と電子注入輸送層との間に、発光成分と電子注入輸送成分の混合層を設けることもできる。より好ましい有機電界発光素子の構成は、(A)型素子、(B)型素子、(C)型素子、(E)型素子、(F)型素子、(G)型素子または(H)型素子であり、さらに好ましくは、(A)型素子、(B)型素子、(C)型素子または(F)型素子である。

【0055】本発明の有機電界発光素子としては、例えば、(図1)に示す(A)陽極/正孔注入輸送層/発光層/電子注入輸送層/陰極型素子について説明する。

(図1)において、1は基板、2は陽極、3は正孔注入輸送層、4は発光層、5は電子注入輸送層、6は陰極、7は電源を示す。

【0056】本発明の有機電界発光素子は、基板1に支持されていることが好ましく、基板としては、特に限定するものではないが、透明ないし半透明であることが好ましく、例えば、ガラス板、透明プラスチックシート(例えば、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリスルホン、ポリメチルメタクリレート、ポリプロピレン、ポリエチレンなどのシート)、半透明プラスチックシート、石英、透明セラミックスあるいはこれらを組み合わせた複合シートからなるものを挙げることができる。さらに、基板に、例えば、カラーフィルター膜、色変換膜、誘電体反射膜を組み合わせて、発光色をコントロールすることもできる。

【0057】陽極2としては、比較的仕事関数の大きい金属、合金または電気導性化合物を電極物質として使用することが好ましい。陽極に使用する電極物質としては、例えば、金、白金、銀、銅、コバルト、ニッケル、パラジウム、バナジウム、タングステン、酸化錫、酸化亜鉛、ITO(インジウム・ティン・オキシライド)、ポリチオフェン、ポリピロールなどを挙げることができる。これらの電極物質は、単独で使用してもよく、あるいは複数併用してもよい。陽極は、これらの電極物質を、例えば、蒸着法、スパッタリング法等の方法により、基板の上に形成することができる。また、陽極は一

ト) アルミニウム、ビス (2-メチル-8-キノリノラート) (3, 5-ジ-tert-ブチルフェノラート) アルミニウム、ビス (2-メチル-8-キノリノラート) (2, 6-ジフェニルフェノラート) アルミニウム、ビス (2-メチル-8-キノリノラート) (2, 4, 6-トリフェニルフェノラート) アルミニウム、ビス (2-メチル-8-キノリノラート) (2, 4, 6-トリメチルフェノラート) アルミニウム、ビス (2-メチル-8-キノリノラート) (2, 4, 5, 6-テトラメチルフェノラート) アルミニウム、ビス (2-メチル-8-キノリノラート) (1-ナフトラート) アルミニウム、ビス (2-メチル-8-キノリノラート) (2-ナフトラート) アルミニウム、ビス (2, 4-ジメチル-8-キノリノラート) (2-フェニルフェノラート) アルミニウム、ビス (2, 4-ジメチル-8-キノリノラート) (3-フェニルフェノラート) アルミニウム、ビス (2, 4-ジメチル-8-キノリノラート) (4-フェニルフェノラート) アルミニウム、ビス (2, 4-ジメチル-8-キノリノラート) (3, 5-ジメチルフェノラート) アルミニウム、ビス (2, 4-ジメチル-8-キノリノラート) (3, 5-ジ-tert-ブチルフェノラート) アルミニウム、ビス (2-メチル-8-キノリノラート) アルミニウム- μ -オキソ-ビス (2-メチル-8-キノリノラート) アルミニウム、ビス (2, 4-ジメチル-8-キノリノラート) アルミニウム- μ -オキソ-ビス (2, 4-ジメチル-8-キノリノラート)

アルミニウム、ビス(2-メチル-4-エチル-8-キノリノラート)アルミニウム- μ -オキソ-ビス(2-メチル-4-エチル-8-キノリノラート)アルミニウム、ビス(2-メチル-4-メトキシ-8-キノリノラート)アルミニウム- μ -オキソ-ビス(2-メチル-4-メトキシ-8-キノリノラート)アルミニウム、ビス(2-メチル-5-シアノ-8-キノリノラート)アルミニウム- μ -オキソ-ビス(2-メチル-5-シアノ-8-キノリノラート)アルミニウム、ビス(2-メチル-5-トリフルオロメチル-8-キノリノラート)アルミニウム- μ -オキソ-ビス(2-メチル-5-トリフルオロメチル-8-キノリノラート)アルミニウムなどを挙げることができる。勿論、発光性有機金属錯体は、単独で使用してもよく、あるいは複数併用してもよい。

【0064】電子注入輸送層5は、陰極からの電子の注入を容易にする機能、そして注入された電子を輸送する機能を有する化合物を含有する層である。電子注入輸送層は、本発明に係る化合物Aおよび/または他の電子注入輸送機能を有する化合物(例えば、有機金属錯体〔例えば、トリス(8-キノリノラート)アルミニウム、ビス(10-ベンゾ[h]キノリノラート)ベリリウム、5-ヒドロキシフラボンのベリリウム塩、5-ヒドロキシフラボンのアルミニウム塩〕、オキサジアゾール誘導体〔例えば、1,3-ビス(5'-(p-tert-ブチルフェニル)-1,3,4-オキサジアゾール-2'-イル)ベンゼン〕、トリアゾール誘導体〔例えば、3-(4'-tert-ブチルフェニル)-4-フェニル-5-(4"-ビフェニル)-1,2,4-トリアゾール〕、トリアジン誘導体、ペリレン誘導体、キノリン誘導体、キノキサリン誘導体、ジフェニルキノン誘導体、ニトロ置換フルオレノン誘導体、チオピランジオキサイド誘導体など)を少なくとも1種用いて形成することができる。本発明に係る化合物Aと他の電子注入輸送機能を有する化合物を併用する場合、電子注入輸送層中に占める本発明に係る化合物Aの割合は、好ましくは、0.1~40重量%程度に調製する。本発明においては、本発明に係る化合物Aと有機金属錯体〔例えば、前記一般式(a)~一般式(c)で表される化合物〕を併用して、電子注入輸送層を形成することは好ましい。

【0065】陰極6としては、比較的仕事関数の小さい金属、合金または電気導性化合物を電極物質として使用することが好ましい。陰極に使用する電極物質としては、例えば、リチウム、リチウム-インジウム合金、ナトリウム、ナトリウム-カリウム合金、カルシウム、マグネシウム、マグネシウム-銀合金、マグネシウム-インジウム合金、インジウム、ルテニウム、チタニウム、マンガ、ニ、イットリウム、アルミニウム、アルミニウム-リチウム合金、アルミニウム-カルシウム合金、アルミニウム-マグネシウム合金、グラファイト薄膜等を挙

げることができる。これらの電極物質は、単独で使用してもよく、あるいは複数併用してもよい。陰極は、これらの電極物質を、例えば、蒸着法、スパッタリング法、イオン化蒸着法、イオンプレーティング法、クラスターイオンビーム法等の方法により、電子注入輸送層の上に形成することができる。また、陰極は一層構造であってもよく、あるいは多層構造であってもよい。尚、陰極のシート電気抵抗は、数百 Ω/\square 以下に設定するのが好ましい。陰極の厚みは、使用する電極物質の材料にもよるが、一般に、5~1000nm程度、より好ましくは、10~500nm程度に設定する。尚、有機電界発光素子の発光を効率よく取り出すために、陽極または陰極の少なくとも一方の電極が、透明ないし半透明であることが好ましく、一般に、発光光の透過率が70%以上となるように陽極の材料、厚みを設定することがより好ましい。

【0066】また、本発明の有機電界発光素子においては、その少なくとも一層中に、一重項酸素クエンチャーが含有されていてもよい。一重項酸素クエンチャーとしては、特に限定するものではなく、例えば、ルブレン、ニッケル錯体、ジフェニルイソベンゾフランなどが挙げられ、特に好ましくは、ルブレンである。一重項酸素クエンチャーが含有されている層としては、特に限定するものではないが、好ましくは、発光層または正孔注入輸送層であり、より好ましくは、正孔注入輸送層である。尚、例えば、正孔注入輸送層に一重項酸素クエンチャーを含有させる場合、正孔注入輸送層中に均一に含有させてもよく、正孔注入輸送層と隣接する層(例えば、発光層、発光機能を有する電子注入輸送層)の近傍に含有させてもよい。一重項酸素クエンチャーの含有量としては、含有される層(例えば、正孔注入輸送層)を構成する全体量の0.01~50重量%、好ましくは、0.05~30重量%、より好ましくは、0.1~20重量%である。

【0067】正孔注入輸送層、発光層、電子注入輸送層の形成方法に関しては、特に限定するものではなく、例えば、真空蒸着法、イオン化蒸着法、溶液塗布法(例えば、スピンコート法、キャスト法、ディップコート法、バーコート法、ロールコート法、ラングミュア・ブロゼット法、インクジェット法など)により薄膜を形成することにより作製することができる。真空蒸着法により、各層を形成する場合、真空蒸着の条件は、特に限定するものではないが、 10^{-5} Torr程度以下の真空下で、50~600℃程度のボート温度(蒸着源温度)、-50~300℃程度の基板温度で、0.005~50nm/sec程度の蒸着速度で実施することが好ましい。この場合、正孔注入輸送層、発光層、電子注入輸送層等の各層は、真空下で、連続して形成することにより、諸特性に一層優れた有機電界発光素子を製造することができる。真空蒸着法により、正孔注入輸送層、発光層、電子注入

輸送層等の各層を、複数の化合物を用いて形成する場合、化合物を入れた各ボートを個別に温度制御して、共蒸着することが好ましい。

【0068】溶液塗布法により、各層を形成する場合、各層を形成する成分あるいはその成分とバインダー樹脂等を、溶媒に溶解、または分散させて塗布液とする。正孔注入輸送層、発光層、電子注入輸送層の各層に使用しうるバインダー樹脂としては、例えば、ポリ-N-ビニルカルバゾール、ポリアリレート、ポリスチレン、ポリエステル、ポリシロキサン、ポリメチルアクリレート、ポリメチルメタクリレート、ポリエーテル、ポリカーボネート、ポリアミド、ポリイミド、ポリアミドイミド、ポリパラキシレン、ポリエチレン、ポリエチレンエーテル、ポリプロピレンエーテル、ポリフェニレンオキサイド、ポリエーテルスルホン、ポリアニリンおよびその誘導体、ポリチオフェンおよびその誘導体、ポリフェニレンビニレンおよびその誘導体、ポリフルオレンおよびその誘導体、ポリチエニレンビニレンおよびその誘導体等の高分子化合物が挙げられる。バインダー樹脂は、単独で使用してもよく、あるいは複数併用してもよい。

【0069】溶液塗布法により、各層を形成する場合、各層を形成する成分あるいはその成分とバインダー樹脂等を、適当な有機溶媒（例えば、ヘキサン、オクタン、デカン、トルエン、キシレン、エチルベンゼン、1-メチルナフタレン等の炭化水素系溶媒、例えば、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノン等のケトン系溶媒、例えば、ジクロロメタン、クロロホルム、テトラクロロメタン、ジクロロエタン、トリクロロエタン、テトラクロロエタン、クロロベンゼン、ジクロロベンゼン、クロロトルエン等のハロゲン化炭化水素系溶媒、例えば、酢酸エチル、酢酸ブチル、酢酸アミル等のエステル系溶媒、例えば、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、ペンタノール、ヘキサノール、シクロヘキサノール、メチルセロソルブ、エチルセロソルブ、エチレングリコール等のアルコール系溶媒、例えば、ジブチルエーテル、テトラヒドロフラン、ジオキサン、アニソール等のエーテル系溶媒、例えば、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド、1-メチル-2-ピロリドン、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン、ジメチルスルフォキシド等の極性溶媒）および／または水に溶解、または分散させて塗布液とし、各種の塗布法により、薄膜を形成することができる。

【0070】尚、分散する方法としては、特に限定するものではないが、例えば、ボールミル、サンドミル、ペイントシェーカー、アトライター、ホモジナイザー等を用いて微粒子状に分散することができる。塗布液の濃度に関しては、特に限定するものではなく、実施する塗布法により、所望の厚みを作製するに適した濃度範囲に設定することができ、一般には、0.1～50重量%程

度、好ましくは、1～30重量%程度の溶液濃度である。尚、バインダー樹脂を使用する場合、その使用量に関しては、特に限定するものではないが、一般には、各層を形成する成分に対して（一層型の素子を形成する場合には、各成分の総量に対して）、5～99.9重量%程度、好ましくは、10～99重量%程度、より好ましくは、15～90重量%程度に設定する。

【0071】正孔注入輸送層、発光層、電子注入輸送層の膜厚に関しては、特に限定するものではないが、一般に、5nm～5μm程度に設定することが好ましい。尚、作製した素子に対し、酸素や水分等との接触を防止する目的で、保護層（封止層）を設けたり、また素子を、例えば、パラフィン、流動パラフィン、シリコンオイル、フルオロカーボン油、ゼオライト含有フルオロカーボン油などの不活性物質中に封入して保護することができる。保護層に使用する材料としては、例えば、有機高分子材料（例えば、フッ素化樹脂、エポキシ樹脂、シリコン樹脂、エポキシシリコン樹脂、ポリスチレン、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリアミド、ポリイミド、ポリアミドイミド、ポリパラキシレン、ポリエチレン、ポリフェニレンオキサイド）、無機材料（例えば、ダイヤモンド薄膜、アモルファスシリカ、電気絶縁性ガラス、金属酸化物、金属窒化物、金属炭素化物、金属硫化物）、さらには光硬化性樹脂などを挙げることができ、保護層に使用する材料は、単独で使用してもよく、あるいは複数併用してもよい。保護層は、一層構造であってもよく、また多層構造であってもよい。

【0072】また、電極に保護膜として、例えば、金属酸化膜（例えば、酸化アルミニウム膜）、金属フッ化膜を設けることもできる。また、例えば、陽極の表面に、例えば、有機リン化合物、ポリシラン、芳香族アミン誘導体、フタロシアニン誘導体（例えば、銅フタロシアニン）、カーボンから成る界面層（中間層）を設けることもできる。さらに、電極、例えば、陽極はその表面を、例えば、酸、アンモニア／過酸化水素、あるいはプラズマで処理して使用することもできる。

【0073】本発明の有機電界発光素子は、一般に、直流駆動型の素子として使用されるが、パルス駆動型または交流駆動型の素子としても使用することができる。尚、印加電圧は、一般に、2～30V程度である。本発明の有機電界発光素子は、例えば、パネル型光源、各種の発光素子、各種の表示素子、各種の標識、各種のセンサーなどに使用することができる。

【0074】

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、勿論、本発明はこれらに限定されるものではない。

実施例1

厚さ200nmのITO透明電極（陽極）を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超

音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3×10^{-6} Torrに減圧した。まず、ITO透明電極上に、4, 4'-ビス〔N-フェニル-N-(3"-メチルフェニル)アミノ〕ビフェニルを、蒸着速度 0.2 nm/sec で 75 nm の厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。次いで、その上に、ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(4-フェニルフェノラート)アルミニウムと例示化合物番号A-1の化合物を、異なる蒸着源から、蒸着速度 0.2 nm/sec で 50 nm の厚さに共蒸着(重量比 $100:0.5$)し、発光層とした。次に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを、蒸着速度 0.2 nm/sec で 50 nm の厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度 0.2 nm/sec で 200 nm の厚さに共蒸着(重量比 $10:1$)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、 12 V の直流電圧を印加したところ、 55 mA/cm^2 の電流が流れた。輝度 2470 cd/m^2 の赤色の発光が確認された。

【0075】実施例2～16

実施例1において、発光層の形成に際して、例示化合物番号A-1の化合物を使用する代わりに、例示化合物番号A-3の化合物(実施例2)、例示化合物番号A-5の化合物(実施例3)、例示化合物番号A-8の化合物(実施例4)、例示化合物番号A-10の化合物(実施例5)、例示化合物番号A-16の化合物(実施例6)、例示化合物番号A-20の化合物(実施例7)、例示化合物番号A-24の化合物(実施例8)、例示化合物番号A-25の化合物(実施例9)、例示化合物番

号A-27の化合物(実施例10)、例示化合物番号A-32の化合物(実施例11)、例示化合物番号B-1の化合物(実施例12)、例示化合物番号B-4の化合物(実施例13)、例示化合物番号C-1の化合物(実施例14)、例示化合物番号C-7の化合物(実施例15)、例示化合物番号C-10の化合物(実施例16)を使用した以外は、実施例1に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。それぞれの素子に、乾燥雰囲気下、 12 V の直流電圧を印加したところ、赤色の発光が確認された。さらにその特性を調べ、結果を第1表(表1)に示した。

【0076】比較例1

実施例1において、発光層の形成に際して、例示化合物番号A-1の化合物を使用せずに、ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(4-フェニルフェノラート)アルミニウムだけを用いて、 50 nm の厚さに蒸着し、発光層とした以外は、実施例1に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。この素子に、乾燥雰囲気下、 12 V の直流電圧を印加したところ、青色の発光が確認された。さらにその特性を調べ、結果を第1表(表1)に示した。

【0077】比較例2

実施例1において、発光層の形成に際して、例示化合物番号A-1の化合物を使用する代わりに、N-メチル-2-メトキシアクリドンを使用した以外は、実施例1に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。この素子に、乾燥雰囲気下、 12 V の直流電圧を印加したところ、青色の発光が確認された。さらにその特性を調べ、結果を第1表(表1)に示した。

【0078】

【表1】

第1表

有機電界 発光素子	輝度 (cd/m^2)	電流密度 (mA/cm^2)
実施例2	2460	55
実施例3	2430	52
実施例4	2520	55
実施例5	2460	56
実施例6	2540	52
実施例7	2540	53
実施例8	2320	52
実施例9	2480	54
実施例10	2520	52
実施例11	2530	53
実施例12	2460	55
実施例13	2470	52
実施例14	2510	54
実施例15	2450	53
実施例16	2500	56
比較例1	1170	82
比較例2	1550	74

【0079】実施例17

厚さ200nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3×10^{-6} Torrに減圧した。まず、ITO透明電極上に、4,4'-ビス〔N-フェニル-N-(3"-メチルフェニル)アミノ〕ビフェニルを、蒸着速度0.2nm/secで75nmの厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。次いで、その上に、ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(2-フェニルフェノラート)アルミニウムと例示化合物番号A-2の化合物を、異なる蒸着源から、蒸着速度0.2nm/secで50nmの厚さに共蒸着(重量比100:1.0)し、発光層とした。次に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを、蒸着速度0.2nm/secで50nmの厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度0.2nm/secで200nmの厚さに共蒸着(重量比10:1)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したところ、 $58 \text{ mA}/\text{cm}^2$ の電流が流れた。輝度 $2470 \text{ cd}/\text{m}^2$ の赤色の発光が確認された。

【0080】実施例18

厚さ200nmのITO透明電極(陽極)を有するガラ

ス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3×10^{-6} Torrに減圧した。まず、ITO透明電極に、4,4'-ビス〔N-フェニル-N-(3"-メチルフェニル)アミノ〕ビフェニルを、蒸着速度0.2nm/secで75nmの厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。次いで、その上に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムと例示化合物番号A-4の化合物を、異なる蒸着源から、蒸着速度0.2nm/secで50nmの厚さに共蒸着(重量比100:2.0)し、発光層とした。次に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを、蒸着速度0.2nm/secで50nmの厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度0.2nm/secで200nmの厚さに共蒸着(重量比10:1)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したところ、 $57 \text{ mA}/\text{cm}^2$ の電流が流れた。輝度 $2480 \text{ cd}/\text{m}^2$ の赤色の発光が確認された。

【0081】実施例19

厚さ200nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さ

らにUV/オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3×10^{-6} Torrに減圧した。まず、ITO透明電極上に、4, 4'-ビス〔N-フェニル-N-(3'-メチルフェニル)アミノ〕ビフェニルを、蒸着速度 0.2 nm/sec で 75 nm の厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。次いで、その上に、ビス(2, 4-ジメチル-8-キノリノラート)アルミニウム-μ-オキソビス(2, 4-ジメチル-8-キノリノラート)アルミニウムと例示化合物番号A-7の化合物を、異なる蒸着源から、蒸着速度 0.2 nm/sec で 50 nm の厚さに共蒸着(重量比 $100:4.0$)し、発光層とした。次に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを、蒸着速度 0.2 nm/sec で 50 nm の厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度 0.2 nm/sec で 200 nm の厚さに共蒸着(重量比 $10:1$)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、 12 V の直流電圧を印加したところ、 60 mA/cm^2 の電流が流れた。輝度 2520 cd/m^2 の赤色の発光が確認された。

【0082】実施例20

厚さ 200 nm のITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3×10^{-6} Torrに減圧した。まず、ITO透明電極上に、4, 4', 4"-トリス〔N-(3'-メチルフェニル)-N-フェニルアミノ〕トリフェニルアミンを、蒸着速度 0.1 nm/sec で 30 nm の厚さに蒸着し、第一正孔注入輸送層とした。次いで、その上に、4, 4'-ビス〔N-フェニル-N-(3'-メチルフェニル)アミノ〕ビフェニルを、蒸着速度 0.2 nm/sec で 45 nm の厚さに蒸着し、第二正孔注入輸送層とした。次いで、その上に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムと例示化合物番号B-2の化合物を、異なる蒸着源から、蒸着速度 0.2 nm/sec で 50 nm の厚さに共蒸着(重量比 $100:1.0$)し、発光層とした。さらにその上に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを、蒸着速度 0.2 nm/sec で 50 nm の厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度 0.2 nm/sec で 200 nm の厚さに共蒸着(重量比 $10:1$)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、 12 V の直流電圧を印加したところ、 58 mA/cm^2 の電流が流れた。輝度 2720 cd/m^2 の赤色の発光が確認された。

【0083】実施例21

厚さ 200 nm のITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3×10^{-6} Torrに減圧した。まず、ITO透明電極上に、4, 4'-ビス〔N-フェニル-N-(3'-メチルフェニル)アミノ〕ビフェニルを、蒸着速度 0.2 nm/sec で 75 nm の厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。次いで、その上に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムと例示化合物番号C-4の化合物を、異なる蒸着源から、蒸着速度 0.2 nm/sec で 50 nm の厚さに共蒸着(重量比 $100:4.0$)し、電子注入輸送層を兼ねた発光層とした。さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度 0.2 nm/sec で 200 nm の厚さに共蒸着(重量比 $10:1$)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、 14 V の直流電圧を印加したところ、 52 mA/cm^2 の電流が流れた。輝度 1860 cd/m^2 の赤色の発光が確認された。

【0084】実施例22

厚さ 200 nm のITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3×10^{-6} Torrに減圧した。まず、ITO透明電極上に、4, 4'-ビス〔N-フェニル-N-(3'-メチルフェニル)アミノ〕ビフェニルを、蒸着速度 0.2 nm/sec で 75 nm の厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。次いで、その上に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムと例示化合物番号C-12の化合物を、異なる蒸着源から、蒸着速度 0.2 nm/sec で 50 nm の厚さに共蒸着(重量比 $100:1.0$)し、発光層とした。次いで、その上に、1, 3-ビス〔5'-(p-tert-ブチルフェニル)-1, 3, 4-オキサジアゾール-2'-イル〕ベンゼンを、蒸着速度 0.2 nm/sec で 50 nm の厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度 0.2 nm/sec で 200 nm の厚さに共蒸着(重量比 $10:1$)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、 14 V の直流電圧を印加したところ、 48 mA/cm^2 の電流が流れた。輝度 1920 cd/m^2 の赤色の発光が確認された。

【0085】実施例23

厚さ 200 nm のITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さ

らにUV/オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3×10^{-6} Torrに減圧した。まず、ITO透明電極上に、4, 4'-ビス〔N-フェニル-N-(3"-メチルフェニル)アミノ〕ビフェニルを、蒸着速度 0.2 nm/sec で 75 nm の厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。次いで、その上に、例示化合物番号A-3の化合物を、蒸着速度 0.2 nm/sec で 50 nm の厚さに蒸着し、発光層とした。次いで、その上に、1, 3-ビス〔5'-(p-tert-ブチルフェニル)-1, 3, 4-オキサジアゾール-2'-イル〕ベンゼンを、蒸着速度 0.2 nm/sec で 50 nm の厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度 0.2 nm/sec で 200 nm の厚さに共蒸着(重量比10:1)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、 14 V の直流電圧を印加したところ、 48 mA/cm^2 の電流が流れた。輝度 1780 cd/m^2 の赤色の発光が確認された。

【0086】実施例24

厚さ 200 nm のITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3×10^{-6} Torrに減圧した。まず、ITO透明電極上に、例示化合物番号A-25の化合物を、蒸着速度 0.2 nm/sec で 50 nm の厚さに蒸着し、発光層とした。次いで、その上に、1, 3-ビス〔5'-(p-tert-ブチルフェニル)-1, 3, 4-オキサジアゾール-2'-イル〕ベンゼンを、蒸着速度 0.2 nm/sec で 50 nm の厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度 0.2 nm/sec で 200 nm の厚さに共蒸着(重量比10:1)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、 17 V の直流電圧を印加したところ、 50 mA/cm^2 の電流が流れた。輝度 1260 cd/m^2 の赤色の発光が確認された。

【0087】実施例25

厚さ 200 nm のITO透明電極(陽極)を有するガラ

ス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3×10^{-6} Torrに減圧した。まず、ITO透明電極上に、4, 4', 4"-トリス〔N-(3"-メチルフェニル)-N-フェニルアミノ〕トリフェニルアミンを蒸着速度 0.1 nm/sec で 50 nm の厚さに蒸着し、第一正孔注入輸送層とした。次いで、4, 4'-ビス〔N-フェニル-N-(1"-ナフチル)アミノ〕ビフェニルと例示化合物番号A-1の化合物を、異なる蒸着源から、蒸着速度 0.2 nm/sec で、 20 nm の厚さに共蒸着(重量比100:5)し、第二正孔注入輸送層を兼ねた発光層とした。次いで、その上に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを、蒸着速度 0.2 nm/sec で 50 nm の厚さに共蒸着(重量比100:1.0)し、電子注入輸送層とした。さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度 0.2 nm/sec で 200 nm の厚さに共蒸着(重量比10:1)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、 15 V の直流電圧を印加したところ、 65 mA/cm^2 の電流が流れた。輝度 2960 cd/m^2 の赤色の発光が確認された。

【0088】実施例26~32

実施例25において、例示化合物番号A-1の化合物を使用する代わりに、例示化合物番号A-2の化合物(実施例26)、例示化合物番号A-7の化合物(実施例27)、例示化合物番号A-10の化合物(実施例28)、例示化合物番号A-19の化合物(実施例29)、例示化合物番号A-22の化合物(実施例30)、例示化合物番号C-7の化合物(実施例31)、例示化合物番号C-10の化合物(実施例32)を使用した以外は、実施例25に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。それぞれの素子に、乾燥雰囲気下、 12 V の直流電圧を印加したところ、赤色の発光が確認された。さらにその特性を調べ、結果を第2表(表2)に示した。

【0089】

【表2】

第2表

有機電界 発光素子	輝度 (cd/m^2)	電流密度 (mA/cm^2)
実施例26	2860	56
実施例27	2920	54
実施例28	2780	58
実施例29	2850	56
実施例30	2940	55
実施例31	2870	57
実施例32	2880	56

【0090】実施例33

厚さ200nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した。次に、ITO透明電極上に、ポリ-N-ビニルカルバゾール(重量平均分子量150000)、1, 1, 4, 4-テトラフェニル-1, 3-ブタジエン(青色の発光成分)、クマリン6〔3-(2'-ベンゾチアゾリル)-7-ジエチルアミノクマリン〕(緑色の発光成分)、および例示化合物番号A-13の化合物を、それぞれ重量比100:5:3:2の割合で含有する3重量%ジクロロエタン溶液を用いて、ディップコート法により、400nmの厚さの発光層を形成した。次に、この発光層を有するガラス基板を、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3×10^{-6} Torrに減圧した。さらに、発光層の上に、3-(4'-tert-ブチルフェニル)-4-フェニル-5-(4"-ビフェニル)-1, 2, 4-トリアゾールを、蒸着速度0.2nm/secで20nmの厚さに蒸着した後、さらにその上に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを、蒸着速度0.2nm/secで30nmの厚さに蒸着し電子注入輸送層とした。さらにその

上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度0.2nm/secで200nmの厚さに共蒸着(重量比10:1)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したところ、 $74\text{mA}/\text{cm}^2$ の電流が流れた。輝度1370 cd/m^2 の白色の発光が確認された。

【0091】実施例34~38

実施例33において、例示化合物番号A-13の化合物を使用する代わりに、例示化合物番号A-15の化合物(実施例34)、例示化合物番号A-26の化合物(実施例35)、例示化合物番号A-28(実施例36)の化合物、例示化合物番号A-30(実施例37)の化合物、例示化合物番号C-16(実施例38)の化合物の化合物を使用した以外は、実施例33に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。それぞれの素子に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したところ白色の発光が確認された。さらにその特性を調べ、結果を第3表(表3)に示した。

【0092】

【表3】

第3表

有機電界 発光素子	輝度 (cd/m^2)	電流密度 (mA/cm^2)
実施例34	1350	74
実施例35	1280	72
実施例36	1370	77
実施例37	1320	74
実施例38	1380	75

【0093】実施例39

厚さ200nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さ

らにUV/オゾン洗浄した。次に、ITO透明電極上に、ポリ-N-ビニルカルバゾール(重量平均分子量150000)、1, 3-ビス〔5'-(p-tert-ブチルフェニル)-1, 3, 4-オキサジアゾール-2'-

イル〕ベンゼンおよび例示化合物番号A-29の化合物を、それぞれ重量比100:30:1の割合で含有する3重量%ジクロロエタン溶液を用いて、ディップコート法により、300nmの厚さの発光層を形成した。次に、この発光層を有するガラス基板を、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3×10^{-6} Torrに減圧した。さらに、発光層の上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度0.2nm/secで200nmの厚さに共蒸着(重量比10:1)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、15Vの直流電圧を印加したところ、 76 mA/cm^2 の電流が流れた。輝度 1360 cd/m^2 の赤色の発光が確認された。

【0094】比較例3

実施例39において、発光層の形成に際して、例示化合物番号A-29の化合物を使用する代わりに、1, 1, 4, 4-テトラフェニルブタジエンを使用した以外は、実施例39に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、15Vの直流電圧を印加したところ、 86 mA/cm^2 の電流が流れた。輝度 680 cd/m^2 の青色の発光が確認された。

【0095】実施例40

厚さ200nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した。次に、ITO透明電極上に、ポリカーボネート(重量平均分子量50000)、4, 4'-ビス〔N-フェニル-N-(3"-メチルフェニル)アミノ〕ビフェニル、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムおよび例示化合物番号A-30の化合物を、それぞれ重量比100:40:60:1の割合で含有する3重量%ジクロロエタン溶液を用いて、ディップコート法により、300nmの厚さの発光層を形成した。次に、この発光層を有するガラス基板を、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3×10^{-6} Torrに減圧した。さらに、発光層の上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度0.2nm/secで200nmの厚さに

共蒸着(重量比10:1)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、15Vの直流電圧を印加したところ、 66 mA/cm^2 の電流が流れた。輝度 770 cd/m^2 の赤色の発光が確認された。

【0096】

【発明の効果】本発明により、発光輝度が優れた有機電界発光素子を提供することが可能になった。

【図面の簡単な説明】

【図1】有機電界発光素子の一例(A)の概略構造図である。

【図2】有機電界発光素子の一例(B)の概略構造図である。

【図3】有機電界発光素子の一例(C)の概略構造図である。

【図4】有機電界発光素子の一例(D)の概略構造図である。

【図5】有機電界発光素子の一例(E)の概略構造図である。

【図6】有機電界発光素子の一例(F)の概略構造図である。

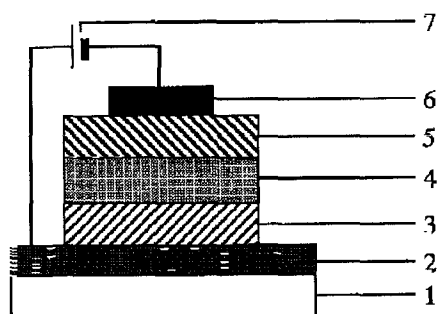
【図7】有機電界発光素子の一例(G)の概略構造図である。

【図8】有機電界発光素子の一例(H)の概略構造図である。

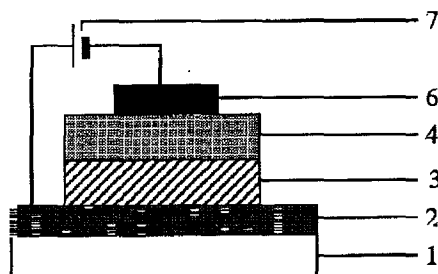
【符号の説明】

- 1 基板
- 2 陽極
- 3 正孔注入輸送層
- 3a 正孔注入輸送成分
- 4 発光層
- 4a 発光成分
- 5 電子注入輸送層
- 5" 電子注入輸送層
- 5a 電子注入輸送成分
- 6 陰極
- 7 電源

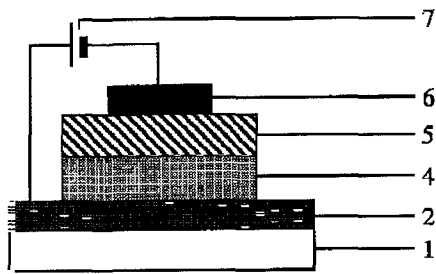
【図1】



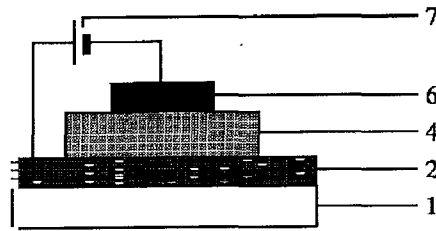
【図2】



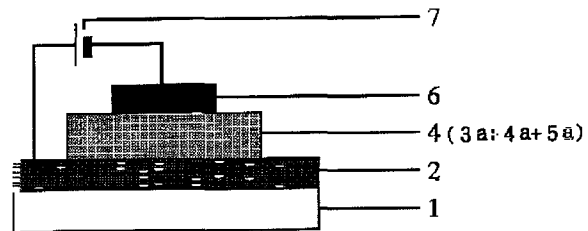
【図3】



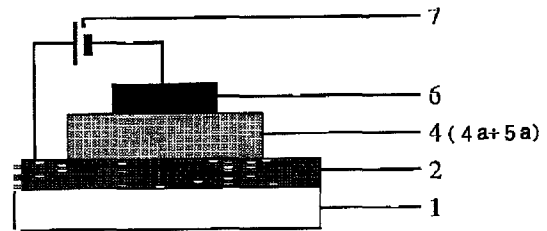
【図4】



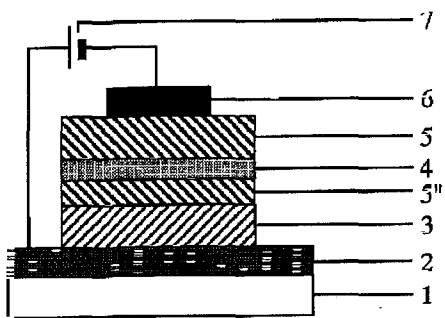
【図6】



【図8】



【図5】



【図7】

